



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



École doctorale EMMA

FUI MUSICAS

THÈSE

Pour l'obtention du grade de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité : Sciences des Matériaux

Présentée par :

Thomas BILLOTTE

Caractérisation et modélisation des structures de solidification en soudage TIG d'alliages austénitiques

Thèse soutenue publiquement le 6 juillet 2017 à Nancy devant le jury composé de :

Mme A.F. Gourgues Lorenzon	Professeur, CDM MINES Paris Tech, Evry	Rapporteur
Mr Ch.-A. Gandin	Directeur de recherche CNRS, CDM MINES Paris Tech, Sophia-Antipolis	Rapporteur
Mme N. Allain Bonasso	Professeur, LEM3, UL, Metz	Présidente
Mme N. Mangelinck-Noël	Directeur de recherche CNRS, IM2NP, AMU, Marseille	Examinateur
Mme I. Tomashchuk	Maitre de conférences, LTm, UBFC, Le Creusot	Examinateur
Mr G. Tirand	Responsable Section Caractérisation Métallurgique, Centre Technique AREVA NP, Saint Marcel	Examinateur
Mr J. Zollinger	Maitre de conférences, IJL, UL, Nancy	Examinateur
Mr D. Daloz	Professeur, IJL, UL, Nancy	Directeur de thèse
Mr V. Robin	Ingénieur de Recherche, EDF R&D, Chatou	Invité

« On fait la science avec des faits, comme on fait une maison avec des pierres, mais une accumulation de faits n'est pas plus une science qu'un tas de pierres n'est une maison. »

Henri Poincaré

« Ils n'ont pas de bol quand même ! Mettre au point un truc pareil, et tomber sur des cerveaux comme nous ! »

Perceval de Galles, Kaamelott, Livre IV, épisode 6, Les Pisteurs, écrit par Alexandre Astier

« Quoi de neuf docteur ? »

Bugs Bunny

Remerciements

Le travail de thèse présenté dans ce manuscrit a été réalisé au sein de l’Institut Jean Lamour à Nancy dans l’équipe solidification dirigée par Hervé Combeau que je remercie pour son accueil et ses conseils. Cette thèse n’aurait pas pu voir le jour sans le projet MUSICAS et Philippe Gilles que je salue.

J’exprime ma reconnaissance envers les membres du jury pour avoir acceptés d’évaluer ce travail.

Je voudrais remercier, en premier lieu, Messieurs Dominique Daloz et Julien Zollinger, Directeur et Co-directeur de thèse, pour m’avoir permis de réaliser ce travail. Je leur suis très reconnaissant d’avoir encadré ce travail. La liberté et la confiance qu’ils m’ont octroyées durant ces trois années est une chance inespérée pour un doctorant, et j’espère en avoir été digne. Les discussions que nous avons eues m’ont énormément apportées sur les plans professionnel et personnel.

J’adresse mes remerciements chaleureux à Vincent Robin, anciennement AREVA NP Lyon, aujourd’hui chez EDF, pour sa disponibilité, son sens de l’humour et son aide précieuse pour les calculs SYSWELD. Les quelques semaines que j’ai passé à Lyon ont toujours été agréables. Merci Vincent !!!!!!

La qualité et la quantité des résultats présentés dans ce travail n’auraient pas pu être sans Guillaume Tirand et les expériences de soudage réalisées au centre technique d’AREVA de Saint-Marcel. J’exprime ma gratitude à Simon Morville pour m’avoir éclairé sur certaines composantes du soudage et pour sa disponibilité après l’arrêt du projet MUSICAS.

Je remercie également Mickaël Fontaine et Frédéric Boitout de ESI pour avoir grandement participé au développement du modèle CAFE_WELD et la création des outils numériques permettant de post-traiter les résultats. Ce fût un réel plaisir de travailler avec ESI. Je salue également Alain Jacot.

Je remercie Babacar Diasse de la société OVH pour la bienveillance avec laquelle il a traité mes SOS concernant la plate-forme HPC-Drive.

Je suis reconnaissant envers tous les intervenants du sous projet 2 de MUSICAS pour leur enthousiasme, leur attention et pour la pertinence de leurs questions lors des différentes réunions à la tour AREVA de la défense. Merci à Olivier Asserin du CEA d’avoir coordonné les actions de ce sous projet.

J’adresse de vifs remerciements envers toutes les personnes qui ont jalonnées mon parcours à l’IJL. Je pense d’abord à l’équipe solidification, en particulier Miha Založnik pour nos riches discussions sur le modèle méso, Bernard Rouat pour la qualité des formations sur les différentes machines et Géraldine Georges-Friand, la virtuose d’Agathe et Astrid. Je salue Christine Gendarme du Centre de Compétence MEM. Merci à Benoît Appolaire pour avoir rendu cette aventure plus riche. Merci à David Bonina, alias Batman pour ses compétences en impression 3D. Merci à David Maréchal pour nos discussions EBSD. Merci à Julien Jourdan et à Erwan Etienne. Merci à Martine Tailleur de m’avoir guidé dans les méandres administratifs.

Je tiens à remercier tout particulièrement mes amis et collègues du team tarot/belote qui ont grandement contribué à créer des conditions de travail agréables, notamment le midi. J'ai ainsi construit ma réputation de trappeur de petit !Oh!Oh!Oh! Un grand MERCI à Martin, Nico, Olivier et Roxane ainsi qu'aux petits nouveaux Léa et Morgan. Merci à Hélène pour son sourire rafraîchissant et à Sarah, toujours de bonne humeur.

Je ne pourrais oublier de remercier ma famille : mes parents, ma sœur et mes grands-parents. Leur confiance m'a permis de mener à bien ces longues études. Mention spéciale à sœurette pour son assistance en VBA et à mon père pour la relecture précise du manuscrit, dictionnaire en main.

Merci à tous

INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
Chapitre 1 : Revue bibliographique.....	3
I. Alliages de l'étude	4
1. Compositions chimiques.....	4
2. Phases en présence	5
2.1. Bases nickel.....	5
2.1.1. Matrice austénitique	5
2.1.2. Carbures dans A690.....	5
2.1.3. Nitrure de Titane.....	6
2.2. Cas du 316L.....	6
3. Rôle des éléments minoritaires spécifiques aux fillers.....	6
3.1. Effet du titane et de l'aluminium	6
3.1.1. Tenue mécanique de l'assemblage	6
3.1.2. Titane et phases observables dans le joint soudé.....	7
3.1.3. Désoxydation du bain	7
3.2. Le niobium.....	7
3.3. Le molybdène.....	8
3.4. Autres éléments minoritaires.....	8
II. Soudage et problématiques associées.....	9
1. Soudage TIG	9
1.1. Principe	9
1.2. Paramètres du procédé.....	10
2. Assemblage soudé	10
3. Modélisation pour le contrôle non destructif (CND) par onde ultra sonore	12
3.1. Tests CND par onde ultrasonore.....	12
3.2. Modélisation des microstructures dans les soudures.....	13
3.2.1. Microstructures des soudures.....	13
3.2.2. Simulation des microstructures : MINA.....	14
III. Phénomènes de solidification.....	15
1. Genèse des microstructures de solidification	16
1.1. Interface plane et redistribution en soluté	16
1.2. Microségrégation.....	17
1.3. Notion de surfusion	19
1.4. Déstabilisation du front plan	20
2. Structures de solidification.....	21

2.1. Croissance contrainte : structures colonnaires.....	21
2.1.1. Morphologie.....	21
2.1.2. Bras primaire λ_1	22
2.1.3. Bras secondaire λ_2	23
2.2. Structure équiaxe	24
2.3. Lien avec le soudage	25
2.4. Germination/croissance des structures de solidification en soudage	26
2.4.1. Germination.....	26
2.4.2. Croissance.....	26
2.4.3. Sélection des grains	27
3. Modèles de solidification.....	29
3.1. Choix du modèle	29
3.2. Construction du modèle CAFE.....	30
3.3. Lois de la solidification du modèle CAFE	31
3.4. CAFE et soudage.....	32
Conclusions	33
Liste des figures du chapitre 1	34
Liste des tableaux du chapitre 1	35
Bibliographie du chapitre 1.....	35
Chapitre 2 : Techniques expérimentales et numériques.....	41
I. Matériaux et techniques d'élaboration.....	42
1. Trempe en cours de solidification dirigée (TSD)	42
1.1. Description du dispositif	42
1.2. Exploitation des résultats	44
2. Creuset froid	45
3. Soudage TIG	46
3.1. Paramètres de soudage.....	46
3.2. Configurations de soudage	47
3.2.1. Plaques.....	47
3.2.2. Maquette étagée.....	47
3.2.3. Méthode de caractérisation	48
II. Techniques d'analyse.....	49
1. Analyse thermique différentielle (ATD)	49
2. Analyses structurales.....	50
2.1. Préparation des échantillons	50

2.2. Analyse cristallographique	51
2.3. Microscopie optique et électronique.....	51
3. Analyse chimique.....	52
3.1. Carbone soufre	52
3.2. Microsonde de Castaing	52
III. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)	54
1. Principe.....	54
2. Paramètres d'acquisition	55
3. Analyses des cartes.....	57
3.1. Angles d'Euler	57
3.2. Evaluation des macrotextures	59
3.2.1. Figure de pôles et figure de pôles inverse	59
3.2.2. Fonction de distribution des orientations et Indice de texture	60
3.2.3. Méthodes de calcul.....	61
4. Routine de nettoyage des cartes	61
IV. Outils numériques	63
1. Thermocalc.....	63
2. CAFE_WELD.....	63
2.1. Présentation du modèle	63
2.2. Calculs et mise en données	64
2.3. Dépouillement des résultats	64
3. Matlab.....	64
Liste des figures du chapitre 2	65
Liste des tableaux du chapitre 2	65
Bibliographie du chapitre 2.....	66
Chapitre 3 : Caractérisations fines des phénomènes de solidification de l'alliage FM52 : solidification dirigée et soudage.....	69
I. Caractérisation de l'alliage FM52	70
1. Composition chimique	70
2. Caractérisations structurales de l'alliage FM52	71
2.1. Structure de l'alliage FM52.....	71
2.2. Nitrure de Titane	72
2.3. Diffraction des rayons X	72
3. Analyse thermique différentielle (ATD)	73
II. Expérimentations.....	74

1. Expériences de TSD	74
2. Soudage	75
III. Microstructures et microségrégation	76
1. Microstructures	76
1.1. TSD	76
1.2. Soudage : maquette étagée 1 passe	79
1.3. Synthèse des résultats	80
2. Résultats de microségrégation	81
2.1. Dosage à la microsonde	81
2.1.1. Choix de l'élément de tri	81
2.1.2. Microségrégation en TSD	83
2.1.3. Comparaison TSD et soudage	86
2.1.4. Coefficients de partage	87
2.1.5. Synthèse	88
IV. Modèle de microségrégation incluant la convection.....	89
1. Modèle de microségrégation	89
2. Conséquence de la convection sur la microségrégation.....	90
3. Calcul de la surfusion et de la composition de la pointe	91
4. Impact des conditions de solidification sur la mise en données du modèle	92
4.1. Données numériques	92
4.2. Calcul de surfusion	94
4.3. Modèle de microségrégation	95
4.3.1. Effet de la surfusion sur le résultat du modèle TB	95
4.3.2. Conditions de solidification et β' : convection dans le bain fondu et vitesse de croissance	97
V. Comparaisons modèle et expérience.....	99
1. Profil de microségrégation en TSD	99
2. Soudage, convection et microségrégation	100
2.1. Modèle TB	100
2.2. Microstructure versus microsonde	102
Conclusions	104
Liste des figures du chapitre 3	105
Liste des tableaux du chapitre 3	106
Bibliographie du chapitre 3.....	107
Chapitre 4 : Caractérisation des structures de solidification en soudage TIG	109

I. Analyses des expériences de soudage simple passe	110
1. Lignes de soudage	110
1.1. Macrographies des lignes de soudage.....	110
1.2. Ligne 316LvsFM52.....	111
1.2.1. Interface MB/ZF.....	111
1.2.2. Mécanisme de croissance	113
1.3. Ligne A600vsFM52	116
2. Cordon simple passe de la maquette étagée	117
3. Validité de la comparaison des résultats entre les expériences simple passe.....	118
4. Morphologie des grains en soudage.....	119
II. Grossissement des grains à l'état solide	121
1. Modèle de grossissement des grains	121
2. Mobilité du joint de grains	122
3. Formation de la ZAT en soudage	123
3.1. Données bibliographiques.....	123
3.2. Données expérimentales et thermiques SYSWELD	126
III. Analyses EBSD des expériences de soudage simple passe	128
1. Direction de croissance des dendrites	128
1.1. Identification expérimentale.....	128
1.2. Méthode de dépliage du gradient thermique.....	129
1.3. Orientation des grains par rapport au gradient thermique	131
2. Sélection des grains	132
2.1. Méthode de comptage des grains	132
2.2. Résultats	134
3. Texture	135
IV. Critère de sélection des orientations.....	138
1. Définition du critère.....	138
2. Formation de la texture dans la zone fondu.....	141
2.1. Grandeur caractérisant la texture	141
2.2. Caractéristiques microstructurales du métal de base.....	142
2.3. Evolution de la texture en soudage	142
V. Caractérisation de la maquette étagée : effets multi-passes	144
1. Analyses de la maquette étagée.....	145
2. Morphologie des grains en soudage multi-passes.....	148
3. Caractérisations EBSD	148

3.1. Densité de grains	148
3.2. Texture	150
4. Sélection des grains en soudage multi-passes.....	151
4.1. Influence du critère de sélection.....	151
4.2. Développement de la texture	152
Conclusions	155
Liste des figures du chapitre 4	156
Liste des tableaux du chapitre 4	158
Bibliographie du chapitre 4.....	158
Chapitre 5 : Modélisation des structures soudées par le modèle CAFE_WELD.....	161
I. Modélisation du soudage par SYSWELD.....	162
1. Modélisation éléments finis.....	162
2. Source de chaleur.....	163
3. Vérification de la pertinence du modèle thermique	163
II. Calculs CAFE_WELD.....	164
1. Paramètres de mise en données	164
2. Structure isotrope avant soudage	166
3. Méthodes d'analyse des résultats numériques	166
III. Résultats et discussions.....	168
1. Effets des paramètres CAFE_WELD.....	168
1.1. Taille de cellule	168
1.1.1. Cartes d'orientation des structures simulées	168
1.1.2. Densité de grains.....	169
1.2. Taille des grains à l'interface.....	170
1.2.1. Cartes d'orientation des structures simulées	170
1.2.2. Densité de grains.....	171
2. Comparaisons entre expériences numériques et vraies	172
2.1. Lignes de soudage	172
2.1.1. Densité de grains.....	172
2.1.2. Texture de la zone fondu	173
2.1.3. Eléments bibliographiques.....	176
2.2. Paramètres influençant la sélection des grains	178
2.2.1. Forme du bain fondu.....	178
2.2.2. Taille de cellule.....	180
Conclusions	182

Liste des figures du chapitre 5	183
Bibliographie du chapitre 5.....	184
CONCLUSIONS GÉNÉRALES	185
ANNEXES	189
A. Routine de traitement d'images en EBSD	191
B. Macro thermocalc	203
C. Calculs CAFE_WELD et plate-forme OVH Oxalya.....	205
D. Fabrication d'un sélecteur de grain : impression 3D et coulage par coagulation directe	209
E. Expérience de la chute de goutte.....	223
F. Dépliage du gradient thermique à l'interface MB/ZF	227

INTRODUCTION GÉNÉRALE

L'opération de soudage conduit à des modifications métallurgiques du matériau (zone fondue, zone affectée thermiquement) conférant des propriétés particulières aux soudures. Pour donner aux soudures les propriétés attendues, les paramètres de soudage sont optimisés en réalisant des cas tests de soudage. Ceci permet de valider les paramètres de soudage et de minimiser les contraintes résiduelles introduites par les opérations de soudage. Aujourd'hui, les constructeurs d'ensembles mécano-soudés se tournent vers les possibilités de fiabilisation des assemblages offertes par la simulation numérique des procédés de soudage. Les industriels entendent ainsi limiter le nombre d'essais nécessaires à la mise au point du procédé de soudage.

Pour répondre à cette problématique, AREVA, le CEA, le CETIM, ESI group et l'Institut de Soudure se sont regroupés au sein du projet MUSICA en 2005. Ce projet avait pour but de chercher à remplacer progressivement les essais de soudage par la simulation. L'objectif était de créer des outils numériques (accessibles aux non experts de la simulation du soudage) allant du procédé jusqu'à ses conséquences sur les propriétés. Ce projet a ouvert la voie de la simulation 3D prédictive du soudage, l'objectif majeur du projet MUSICA 2 : le projet MUSICAS (Méthodologie Unifiée pour la Simulation de l'Intégrité et la Contrôlabilité des Assemblages Soudés). Ce projet intègre la simulation de la solidification en soudage.

La solidification est l'étape au cours de laquelle se forment les microstructures du joint soudé. La compréhension de ces phénomènes thermométallurgiques est un enjeu majeur à plusieurs titres pour la simulation numérique du soudage. On peut citer le comportement mécanique lié à la structure métallurgique, la mise au point du procédé de soudage et l'interprétation des contrôles non destructifs (CND) par ultra-son.

Ce travail s'inscrit dans le cadre du projet MUSICAS supervisé par AREVA et le CEA. Au sein de MUSICAS, l'IJL intervient dans les sous-projets dédiés à l'étude de la solidification en soudage et à l'introduction de ces phénomènes dans le logiciel de simulation des structures soudées CAFE_WELD (chaînage SYSWELD et Automate Cellulaire) développé par ESI et AREVA. Ces modèles devront permettre de traiter les aspects spécifiques de la métallurgie du soudage, qui reste peu investiguée aujourd'hui, en termes de modélisation de solidification, de microségrégation et de structure des grains. À terme, il s'agira d'être capable de prévoir la distribution de la taille des grains, leurs orientations ainsi que leur morphologie de croissance en fonction des paramètres du procédé de soudage.

Le premier objectif de cette thèse est d'identifier et caractériser les phénomènes métallurgiques expliquant les mécanismes de formation du joint soudé. Le second objectif est d'évaluer la capacité du modèle de simulation de la solidification du soudage. Il faut donc vérifier que la soudure numérique possède les mêmes propriétés microstructurales que la soudure vraie. La démarche utilisée est donc de réaliser, dans un premier temps, des maquettes de soudage test. La caractérisation de ces maquettes de soudage permet de mettre en avant les phénomènes métallurgiques recherchés. Dans un second temps, ces expériences de soudage sont réalisées de façon numérique. La validation du modèle s'effectue en comparant les propriétés du cordon de soudure vraie avec celles du cordon de soudure numérique. Pour remplir ces deux objectifs, l'analyse fine de la solidification des alliages utilisés dans ce travail est réalisée au préalable.

Ce manuscrit est divisé en cinq chapitres.

Le premier chapitre présente une revue bibliographique sur les alliages utilisés dans ce travail. Les phases ainsi que le rôle des différents éléments d'alliage sont présentés. Un regard attentif est porté sur le lien étroit entre les microstructures des soudures et les CND. Le chapitre se termine par la présentation des moyens numériques existants permettant de prédire les microstructures de solidification en soudage.

Le second chapitre détaille les moyens expérimentaux et numériques mis en œuvre pour mener à bien cette étude.

Le troisième chapitre est dédié à la caractérisation fine des phénomènes liés à la solidification du métal d'apport employé pour le soudage multi-passes. On se focalise sur l'influence du couple gradient thermique/vitesse sur les dimensions des microstructures et sur l'effet de la convection sur le développement de la microségrégation en soudage.

La caractérisation des textures des structures de solidification dans les joints soudés (simple passe et multi-passes) fera l'objet du quatrième chapitre. Les phénomènes thermométallurgiques sont décrits.

Le dernier chapitre compare les résultats issus des calculs CAFE_WELD et des caractérisations. L'impact de la mise en données du module CAFE_WELD sur les résultats des simulations est également discuté.

Le manuscrit s'achève par un rappel des conclusions générales de ce travail et propose des perspectives de développement.

Chapitre 1 : Revue bibliographique

Dans ce chapitre, les généralités sur les alliages de l'étude sont présentées. La chimie de ces alliages ainsi que les phases présentes sont décrites. Dans un second temps, le procédé de soudage ainsi que les difficultés associées aux contrôles non destructifs des soudures seront mises en évidence. Il conviendra par la suite de présenter les moyens de simulation actuels des microstructures de soudage et les améliorations de ces modèles en introduisant la physique de la solidification.

I. Alliages de l'étude

1. Compositions chimiques

Les compositions des alliages utilisées dans ce travail sont décrites dans le Tableau 1-1. Les pièces fabriquées avec ces alliages sont assemblées par soudage. Les compositions commerciales des métaux d'apport utilisés pour le soudage sont également présentées dans le Tableau 1-1.

Tableau 1-1: Compositions commerciales en pourcentages massiques de l'inconel A690 [1-1], A600 [1-2], 316L [1-3], FM52 [1-4], FM52M [1-5], FM52 MSS [1-6] et FM82 [1-7]

Alliages																
	Ni	Cr	Fe	C	S	Mn	Si	Cu	Nb	Ti	Al	Mo	P	Zr	B	N
A690	58 min	27 - 31	7 -11	0,05 max	0,01 5 max	0,5 max	0,5 max	0,5 max								
A600	72 min	14 - 17	6 -10	0,15 max	0,15 max	1 max	0,5 max	0,5 max								
316L	10- 14	16 - 18	Base	0,03 max	0,03 max	2 max	0,75 max					2-3	0,04 5 max			0,1 max
Métaux d'apport (filler)																
	Ni	Cr	Fe	C	S	Mn	Si	Cu	Nb	Ti	Al	Mo	P	Zr	B	
FM52	≈ 60	28 - 31,8	7 -11	0,04 max	0,015 max	1 max	0,5 max	0,3 max	0,1 max	1 max	1,1 max	0,5 max	0,02 max			
FM52M	Base	28 – 31,5	7 -11	0,04 max	0,015 max	1 max	0,5 max	0,3 max	0,5 - 1	1 max	1,1 max	0,5 max	0,02 max	0,02	0,005	
FM52M SS	54- 62 (+Co)	28- 31,5	7-11	0,03 max	0,015 max	1 max	0,5 max	0,3 max	1,5 – 3,5 (+ Ta)	0,5 max	0,5 max	3-5	0,02 max			
FM82	67 min	18 - 22	3 max	0,1 max	0,015 max	2,5 – 3,5	0,8 max	0,5 max	2 - 3	0,75 max			0,03 max			

La composition des différents alliages est plus ou moins complexe. Le nickel apporte principalement les propriétés mécaniques à l'alliage (ductilité, résistance à la fatigue et résistance à la traction) et, dans une moindre mesure, améliore la tenue à la corrosion [1-8].

Le chrome étant un métal auto-passivant, il forme naturellement une couche de chromine protectrice en surface. Un pourcentage massique de chrome supérieur à 25 % dans les grains et un taux de chrome supérieur à 22 % aux joints de grains diminuerait la sensibilité à la corrosion sous contraintes des alliages soudés [1-9]. Toutefois, la teneur en chrome des superalliages excède rarement 30 % massique (limite de solubilité du chrome dans le nickel). Au-delà de cette limite, il y a apparition de phases riches en chrome qui diminuent les propriétés mécaniques de l'alliage.

2. Phases en présence

2.1. Bases nickel

2.1.1. Matrice austénitique

Les alliages de nickel présentés dans le Tableau 1-1 sont des alliages austénitiques. Les métaux de base sont tels que tous les éléments d'addition sont présents en solution solide et ne peuvent pas être durcis par des traitements de précipitation.

L'alliage A690 contient des carbures dont la majorité est de type $M_{23}C_6$ alors que les carbures de A600 sont de type M_7C_3 [1-1], [1-8]. Des traitements thermiques sont mis en place pour adapter la morphologie des carbures à l'environnement corrosif [1-9], [1-10]. L'autre phase naturellement observée est le nitre de titane TiN. Le Tableau 1-2 résume les différentes phases observées dans le cas des alliages base nickel présentés précédemment.

Tableau 1-2 : Phases observées dans les alliages utilisés dans l'étude [1-8]

Phase	Structure	Paramètre de maille en nm	Formule	Commentaire
MC	Cubique type NaCl	a=0,43-0,47	TiC,NbC	Ces carbures se présentent sous forme de globules irréguliers. TiC a une solubilité pour N.
$M_{23}C_6$	cfc	a=1,05-1,07	$Cr_{23}C_6$	Ces carbures se forment aux joints de grains, et peuvent être sous forme de films, de lamelles, de plaquettes, cellules. Le Cr peut être remplacé par Mo,Ni,Co,W,Fe
M_7C_3	hexagonale	a=1,398 c=0,4523	Cr_7C_3	Ce sont des polyèdres en position inter granulaire
MN	cubique	a=0,424 a=0,415	TiN CrN	Ils sont habituellement observés dans les alliages contenant du titane. Ils apparaissent en jaune orangé au microscope optique.

2.1.2. Carbures dans A690

Les carbures $M_{23}C_6$ et les carbures MC sont observés dans A690. Les carbures $M_{23}C_6$ constituent un renfort mécanique jusqu'à 1000°C. Ces carbures sont semi cohérents et ont des relations d'orientation $(1\ 0\ 0)_{M23C6} \parallel (1\ 0\ 0)_{\gamma\text{ alliage}}$ et $\langle 100 \rangle_{\gamma\text{ alliage}} \parallel \langle 100 \rangle_{M23C6}$ [1-11].

Les carbures MC constituent un renfort à plus haute température et sont totalement incohérents avec la matrice γ [1-12]. La formation des carbures $M_{23}C_6$ engendre une forte déplétion en chrome autour du joint de grain néfaste pour les propriétés anticorrosion.

Enfin, il semble que l'augmentation du pourcentage de fer décale les courbes TTT de précipitation des carbures de chrome des alliages Nickel Chrome Fer (Temps Température Transformation) vers les temps courts [1-12].

2.1.3. Nitrure de Titane

Le titane ayant une grande affinité avec l'azote, il est souvent ajouté à la composition des bases nickel pour former des TiN. Ceci évite l'apparition de porosités engendrées par la dissolution d'azote dans le métal liquide [1-14]. Les TiN sont présents de façon sporadique dans la matrice d'austénite. Ce précipité est semi cohérent avec la relation d'orientation $<100>_{\gamma \text{ alliage}} \parallel <100>_{\text{TiN}}$ [1-17]. Ils ont une morphologie cubique et leur taille varie de 2 à 5 micromètres [1-15], [1-16], [1-17].

L'azote ayant également une affinité avec le chrome [1-17], les nitrures peuvent être de type $(\text{Ti}, \text{Cr})\text{N}$. Certaines de ces particules présentent des inclusions d'oxyde de type MgO ou AlO [1-16] comme le montre la Figure 1-1. Des morphologies similaires ont été observées par Mo et al [1-11] et sont appelées morphologies « noyau-couronne ». L'origine de cette morphologie proviendrait du fait que le TiN se formerait en premier lors de la solidification et piégerait de l'oxyde d'aluminium AlO gazeux [1-11].

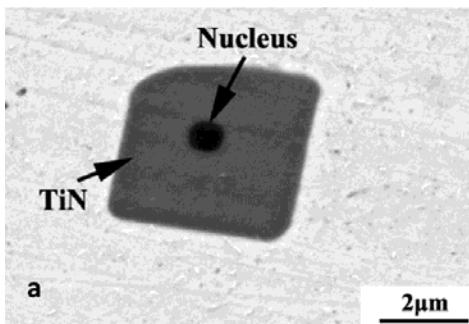


Figure 1-1 : Observation MEB en électrons rétrodiffusés d'un nitrure de titane dans l'alliage A690 [1-16]

2.2. Cas du 316L

Les aciers austénitiques de type 316 contiennent du chrome, du nickel et du molybdène. Ces additions augmentent les propriétés anti corrosion et la résistance mécanique à haute température [1-3]. La mention L signifie que l'acier a une très faible teneur en carbone, permettant d'éviter la fragilisation de l'alliage par la précipitation de carbures de chrome pendant le soudage (phénomène similaire à celui évoqué dans le cas des alliages de nickel). Cet alliage a une teneur en ferrite δ résiduelle de quelques pourcents. La présence de ferrite permet la dissolution de certaines impuretés (S, P) et limite ainsi la formation de phases fragilisantes aux joints de grains [1-18].

3. Rôle des éléments minoritaires spécifiques aux fillers

3.1. Effet du titane et de l'aluminium

3.1.1. Tenue mécanique de l'assemblage

Le rôle des différents éléments d'alliage dans le filler FM52 est étudié par Mo et al [1-19]. Les auteurs font varier la composition du filler FM52 et observent les propriétés de la soudure. Avec un métal d'apport contenant peu de Ti et Al (respectivement 0,28 et 0,13 %), l'allongement à la rupture est de 30 % et la contrainte à rupture est de 500 MPa alors que le filler ayant des pourcentages en Ti et en Al plus élevés (%Ti = 0,87 et %Al = 0,39), l'allongement est de 40 % et la contrainte à

rupture de 600 MPa. Si la teneur en titane est supérieure à 0,91%, une diminution sévère des propriétés mécaniques du cordon de soudure est observée par [1-20]. Les propriétés mécaniques mentionnées précédemment chutent à 15 % et 400 MPa.

3.1.2. Titane et phases observables dans le joint soudé

Les travaux de Mo [1-11] ont pour objectif de déterminer les effets des éléments d'alliage (Ti et Nb) sur les microstructures et les propriétés mécaniques des assemblages soudés par TIG en modifiant la composition du filler FM52. Plus le pourcentage de titane dans le matériau d'apport est important, plus le carbone sera piégé dans la phase Ti(N,C), limitant ainsi la formation des carbures de chrome de type $M_{23}C_6$. Les Ti(C,N) sont plus nombreux et peuvent contraindre les joints de grains à adopter une forme en dents de scie, ce qui est important dans la prévention des fissurations à chaud par manque de ductilité [1-21], [1-22].

Toutefois, le pourcentage massique de titane ne doit pas être supérieur à 1,3%. Passé cette limite, le titane entrera dans la composition de la phase γ' . Les alliages base nickel durcis par précipitation de γ' sont particulièrement difficiles à souder du fait du mécanisme de décohésion γ/γ' [1-23]. Il semblerait que la refusion des structures eutectiques $\gamma-\gamma'$ soient la cause de fissurations par liquation dans la zone affectée thermiquement créée par le soudage [1-24].

3.1.3. Désoxydation du bain

L'aluminium est le principal constituant du laitier formé à la surface de la soudure lors du soudage avec le filler FM52. La présence de l'aluminium limite le pourcentage de chrome dans le laitier [1-25]. Cependant, les forts pourcentages de Ti et Al ne participent pas à la désoxydation du bain de soudage puisque la quantité d'oxygène dissous dans la soudure est sensiblement la même pour les métaux d'apport à bas et haut taux de Ti et Al [1-19]. L'augmentation de la teneur en Ti et Al des fillers engendre la création d'une épaisse couche d'oxyde responsable de l'apparition de défauts d'inclusion sphérique [1-20] de type $(Al,Ti)(O,N)$ et $(Al,Ti)(C,O,N)$ dans la soudure [1-19].

Les deux éléments jouant le rôle de désoxydant sont le magnésium et le calcium [1-19], présents en faible quantité (inférieure à 0,005%). En quantité supérieure, on retrouve des inclusions sphériques de type MgO et CaO.

3.2. Le niobium

Le niobium est beaucoup plus efficace que le titane pour limiter la formation des carbures $M_{23}C_6$ [1-11]. Il en résulte un nombre important de carbures de niobium NbC. Ces carbures permettent de réduire significativement la fissuration à chaud par manque de ductilité et d'augmenter les propriétés mécaniques de la soudure par rapport au métal de base [1-15], [1-26], [1-27].

Cependant, le niobium ségrégé énormément dans les espaces inter-dendritiques [1-15], [1-28], [1-29], des zones riches en niobium sont créées. Elles détériorent la résistance à la corrosion malgré une importante teneur en chrome (30%) quel que soit le titre en niobium [1-26].

3.3. Le molybdène

Avec l'augmentation de la teneur en molybdène (filler 52MSS), les propriétés des échantillons soudés sont nettement augmentées. Cette amélioration est attribuée à un durcissement par précipitation de carbure de molybdène Mo_2C . L'ajout de molybdène en quantité importante permet d'obtenir des carbures assez gros qui améliorent considérablement la résistance à la traction par rapport à FM52 (600 MPa contre 500 MPa à l'ambiente et 550 MPa contre 460 MPa à 300°C) [1-14].

3.4. Autres éléments minoritaires

Le rôle des derniers éléments d'addition dont les teneurs ne dépassent jamais 0,5% massique est détaillé dans le Tableau 1-3.

Tableau 1-3 : Synthèse sur le rôle des différents éléments d'alliage présents dans les alliages de nickel à forte teneur en chrome

Elément	Fonction dans le métal d'apport
Mn	Il limite la concentration en soufre dans les espaces inter dendritiques et joints de grains par formation de MnS [1-30]. Plus le rapport Mn/S est élevé, plus le risque de fragilisation est faible [1-12]
P et S	Ces éléments co-ségrègent dans les joints de grains et les espaces inter dendritiques. La somme %P + 1.2 %S doit être limitée à 30 ppm pour éviter la fragilisation des bases nickel [1-31]. Le cérium peut être utilisé dans de petites quantités (0,015 – 0,032 % massique) pour consommer le phosphore et le soufre par la formation de CeP et CeS_2 . Toutefois, l'ajout de cérium doit être limité car il y a formation de phases à bas point de fusion (Ni_5Ce) qui peuvent être à l'origine de fissurations par liquation [1-32].
Si	Le silicium ségrège [1-28] et favorise, en présence du fer, l'apparition de phases de Laves dans les régions inter dendritiques des alliages de nickel [1-26].
B et Zr	L'addition de B et de Zr permet d'augmenter la résistance à la traction, la ductilité, le fluage et la résistance à la rupture des superalliages. Cependant, la ségrégation du bore aux joints de grains provoque l'apparition de composés à bas point de fusion engendrant des fissurations par liquation [1-33]. Le même effet est mentionné pour le zirconium [1-23].
Hf	Il contrôle la morphologie des carbures de types MC. Chen [1-34] a montré que le hafnium (0,42% massique) permet la précipitation de petits carbures MC polyédriques (à la place de gros carbures en forme d'aiguille), améliorant ainsi la ductilité des bases nickel.

II. Soudage et problématiques associées

Ce paragraphe présente, dans un premier temps, sommairement le soudage à l'électrode de tungstène sous gaz inerte (soudage TIG). Dans un second temps, les caractéristiques propres aux joints soudés sont décrites. Enfin, la dernière partie de ce paragraphe présente brièvement les contrôles non destructifs par propagation d'onde ultrasonore et les problématiques associées.

1. Soudage TIG

1.1. Principe

Le soudage à l'électrode réfractaire est communément appelé soudage TIG (Tungsten Inert Gas) ou, en France, soudage à l'argon [1-35]. Dans les pays anglo-saxons, on le désigne également par GTAW ou Gas Tungsten Arc Welding. La Figure 1-2 explique le principe de cette technique de soudage.

La torche TIG permet d'amorcer un arc électrique entre l'électrode de tungstène et la pièce à souder. La création de cet arc est facilitée par l'utilisation d'un gaz plasmagène, qui permet également d'éviter l'oxydation des régions entrant en fusion pendant le soudage. Une fois l'arc créé, la torche TIG se déplace le long du chanfrein pour réaliser la soudure (Figure 1-2).

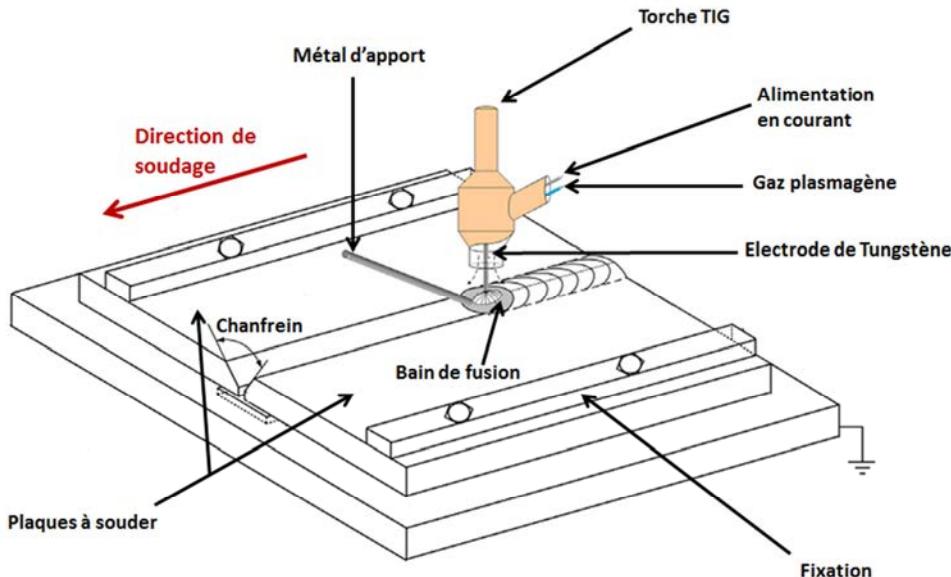


Figure 1-2 : Schéma du procédé de soudage TIG [1-36]

Le soudage TIG produit une simple fusion caractérisée par sa largeur et sa pénétration. Il est possible de réaliser un apport de métal en introduisant directement dans le bain un fil de même nature que le métal à souder.

Dans la majorité des applications, la protection gazeuse est assurée par l'argon du fait de son faible coût par rapport à l'hélium. D'autres gaz comme l'azote ou l'hydrogène peuvent être employés pour souder certains alliages (Tableau 1-4).

Tableau 1-4 : Emplois des gaz en soudage TIG [1-35]

Gaz	Qualité du gaz	Application en soudage
Argon	Inerte	Toutes applications
Hélium	Inerte	Aluminium et cuivre
Argon – Hélium (20 % - 80 % ou 50% - 50 %)	Inerte	Aluminium et cuivre, avec arc plus stable que le cas précédent
Argon – Azote (75 % - 25 %)	Réducteur	Alliage de cuivre
Argon – Hydrogène (1 %)	Réducteur	Acier inoxydable

Les débits d'argon sont généralement compris entre 10 et 20 L/min ramené à la pression atmosphérique pour des vitesses de soudage de l'ordre de 5 mm/s [1-37].

1.2. Paramètres du procédé

Les paramètres du procédé de soudage TIG sont les suivants [1-35], [1-36], [1-37], [1-38], [1-39] :

- Intensité et tension d'arc
- Longueur de l'arc
- Composition du gaz plasmagène
- Débit de gaz
- Vitesse de soudage et vitesse d'approvisionnement en matériau d'apport
- Inclinaison de la torche par rapport au plan de soudage
- Température entre les passes (pour un soudage multi-passes)
- Température du métal de base et du filler avant le soudage
- Vitesse du métal d'apport
- Séquence de soudage (soudage direct en ligne droite, soudage symétrique du centre vers les bords...)
- Position du soudage (soudage à plat, soudage en corniche...)

Les choix de ces paramètres s'avèrent être cruciaux pour obtenir le meilleur assemblage possible. Hong et al [1-40] ont travaillé sur l'apparition de défauts dans les soudures en fonction des paramètres de soudage dans le cas d'un soudage haute énergie (laser CO₂). Les auteurs montrent que, pour un matériau et une épaisseur donnés, peu de couples vitesse/densité de puissance permettent une soudure sans défaut (fissure, bullage). Ces différents défauts sont engendrés par les conditions de solidification (gradient thermique et vitesse de croissance) générées par le procédé [1-41].

2. Assemblage soudé

Les assemblages soudés obtenus par soudage TIG ont une apparence macroscopique schématisée sur la Figure 1-3. La zone fondue est appelée joint soudé ou cordon de soudure.

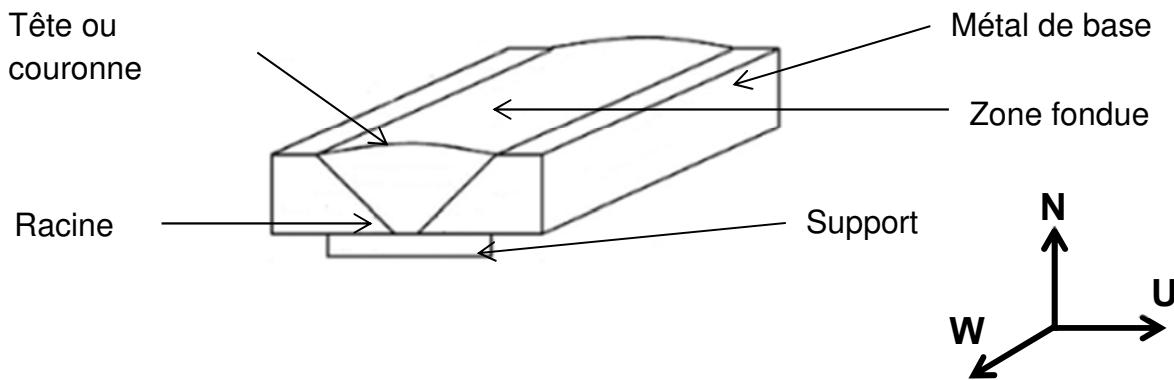


Figure 1-3 : Schéma d'un assemblage soudé par une simple passe

L'apport de chaleur provoque des changements métallurgiques dans la région adjacente aux joints soudés : la zone affectée thermiquement ou ZAT, aisément identifiable par la révélation de grains ayant grossi par rapport aux grains du métal de base (Figure 1-4).

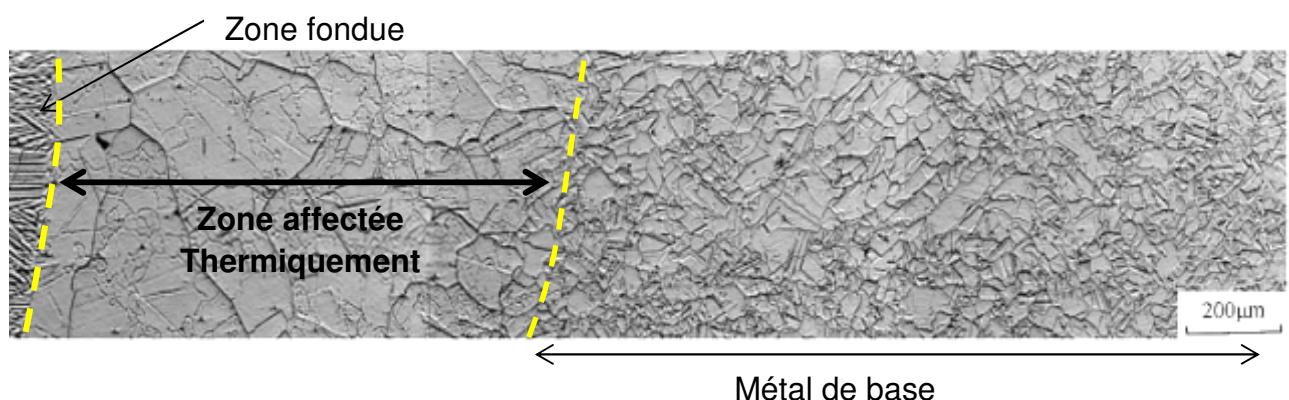


Figure 1-4 : Observation métallographique d'un assemblage soudé (procédé TIG) d'un inconel 690 avec métal d'apport (FM52) réalisé au microscope optique [1-15]

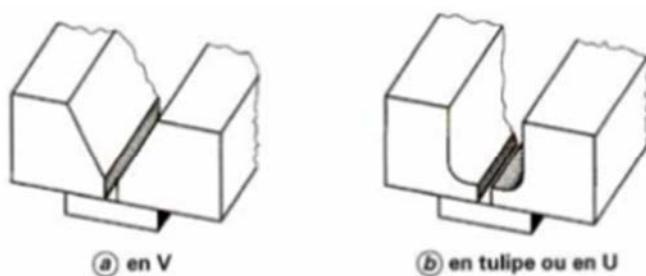


Figure 1-5 : Chanfreins pour tôle épaisse [1-35]

Le soudage TIG est réservé à des soudures de faibles épaisseurs (1 à 3 mm en une passe) mais il est possible de souder des tôles épaisses (supérieur à 10 mm d'épaisseur) en ayant recours à un soudage TIG multi-passes. Pour les alliages de nickel, les pièces à souder avec de telles épaisseurs sont chanfreinées en V avec méplats (6 à 12 mm d'épaisseur) tandis qu'un joint en U (tulipe) est utilisé pour les épaisseurs supérieures à 12 mm [1-42] (Figure 1-5).

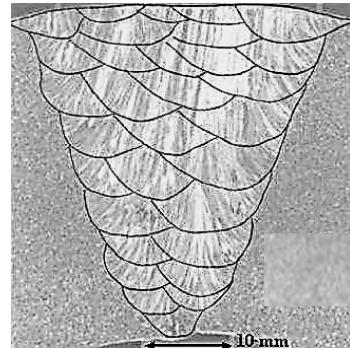
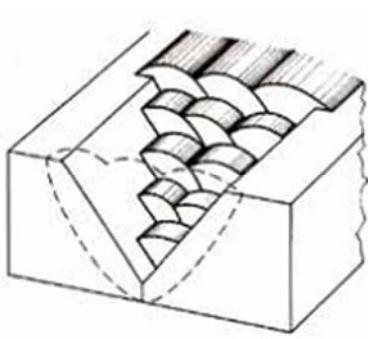


Figure 1-6 : Schéma de la structure d'un joint soudé par du soudage multi-passes [1-35] et soudure multi-passes à l'électrode enrobée en configuration rectiligne sur un acier inoxydable [1-43]

En soudage multi passes, les caractéristiques du joint soudé sont très complexes comme le montre la Figure 1-6. On observe bien des grains colonnaires de plusieurs millimètres de long qui croissent par épitaxie sur plusieurs passes.

Certaines industries devant répondre à des normes strictes, tous les assemblages soudés doivent être contrôlés avant la mise en service. La méthode choisie est une méthode non destructive par propagation d'ondes ultrasonores. Ces tests ont pour objectifs de détecter les défauts (localisation, dimension) et d'évaluer leur sévérité pour garantir l'intégrité de la soudure.

3. Modélisation pour le contrôle non destructif (CND) par onde ultra sonore

3.1. Tests CND par onde ultrasonore

Il existe une multitude de tests non destructifs, dont une liste non exhaustive est donnée par [1-44]. L'avantage de la méthode par ultrason est de pouvoir analyser le cœur et la surface des matériaux, de localiser et d'estimer la taille des défauts éventuellement présents (porosité, fissure...) dans les soudures.

Les ultrasons sont émis au moyen de traducteurs piézoélectriques. La propagation d'ondes mécaniques de haute fréquence (1 à 10 MHz) au sein de la pièce à contrôler est analysée. Un schéma de principe est donné sur la Figure 1-7.

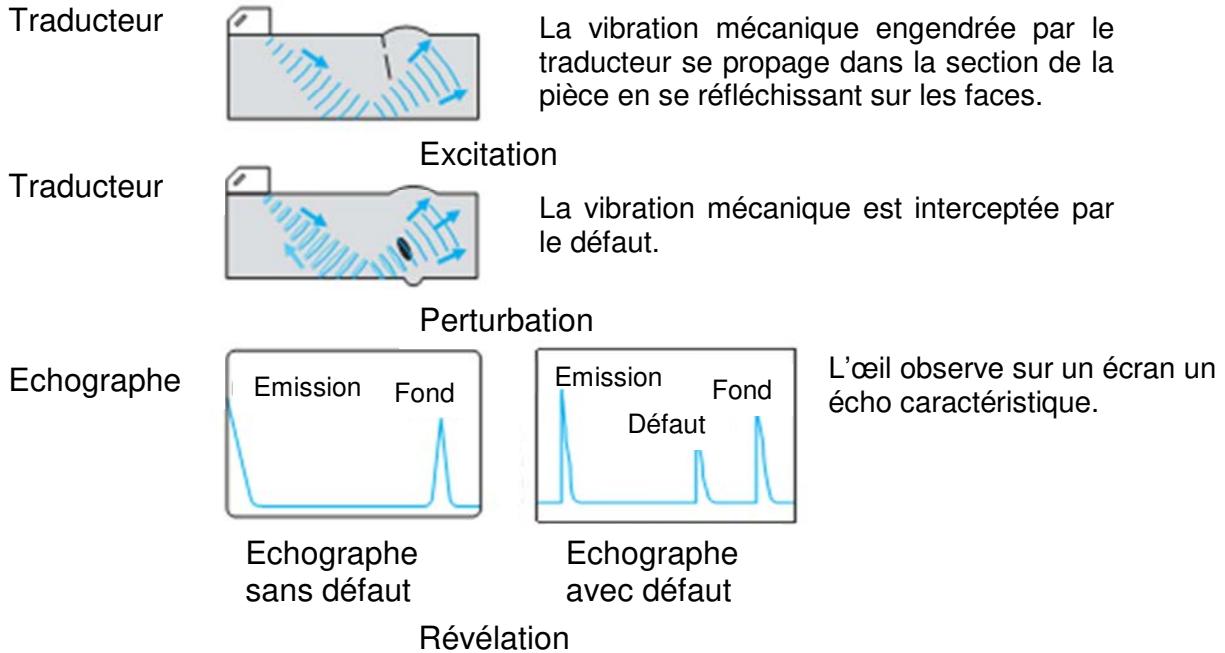


Figure 1-7 : Principe du contrôle par ultrason [1-44]

L’interprétation de ces signaux est délicate dans le cas des soudures. Les travaux de Chassignole [1-39], [1-45] ont montré que la connaissance de l’orientation des grains dans les soudures est un point clé de la compréhension de la propagation des ondes ultrasonores, et donc de l’interprétation des CND. La taille de grains et l’orientation des grains (anisotropie) modifient la propagation du faisceau. Suivant les différents paramètres cités précédemment, le faisceau peut être dévié, atténué ou fragmenté, ce qui rend l’interprétation des contrôles non destructifs délicate.

Il est donc nécessaire de travailler sur la modélisation des microstructures soudées et réaliser des simulations de la propagation des ondes ultrasonores sur ces structures simulées. À terme, il conviendra de faciliter l’interprétation des CND sur les soudures vraies.

3.2. Modélisation des microstructures dans les soudures

3.2.1. Microstructures des soudures

L’établissement des structures soudées est gouverné par le couple gradient/vitesse. La Figure 1-8 illustre les différentes morphologies qu’il est possible de rencontrer en soudage. Par rapport au repère orthonormé de la Figure 1-3, les quatre macroographies de la Figure 1-8 sont dans le plan WU. La direction de soudage W est la même d’une macrographie à l’autre et est indiquée sur la Figure 1-8.

Pour des vitesses de soudage W faibles (Figure 1-8a), les grains sélectionnés s’alignent avec le gradient thermique qui varie en tout point du bain de fusion. Cette variation va faire s’incurver les grains dans la direction du soudage. Pour des vitesses de soudage plus élevées (Figure 1-8b), les grains se rejoignent le long de la ligne centrale du bain de fusion. Enfin, pour des vitesses de soudage très élevées (Figure 1-8c), il y a formation d’une structure équiaxe le long de la ligne centrale de fusion qui bloque les grains colonnaires.

Il est aussi possible d'observer des grains colonnaires axiaux initiés au point de départ de la ligne de fusion et se propageant sur toute la longueur de la soudure en bloquant les grains colonnaires partant du bord de la ligne de fusion (Figure 1-8d).

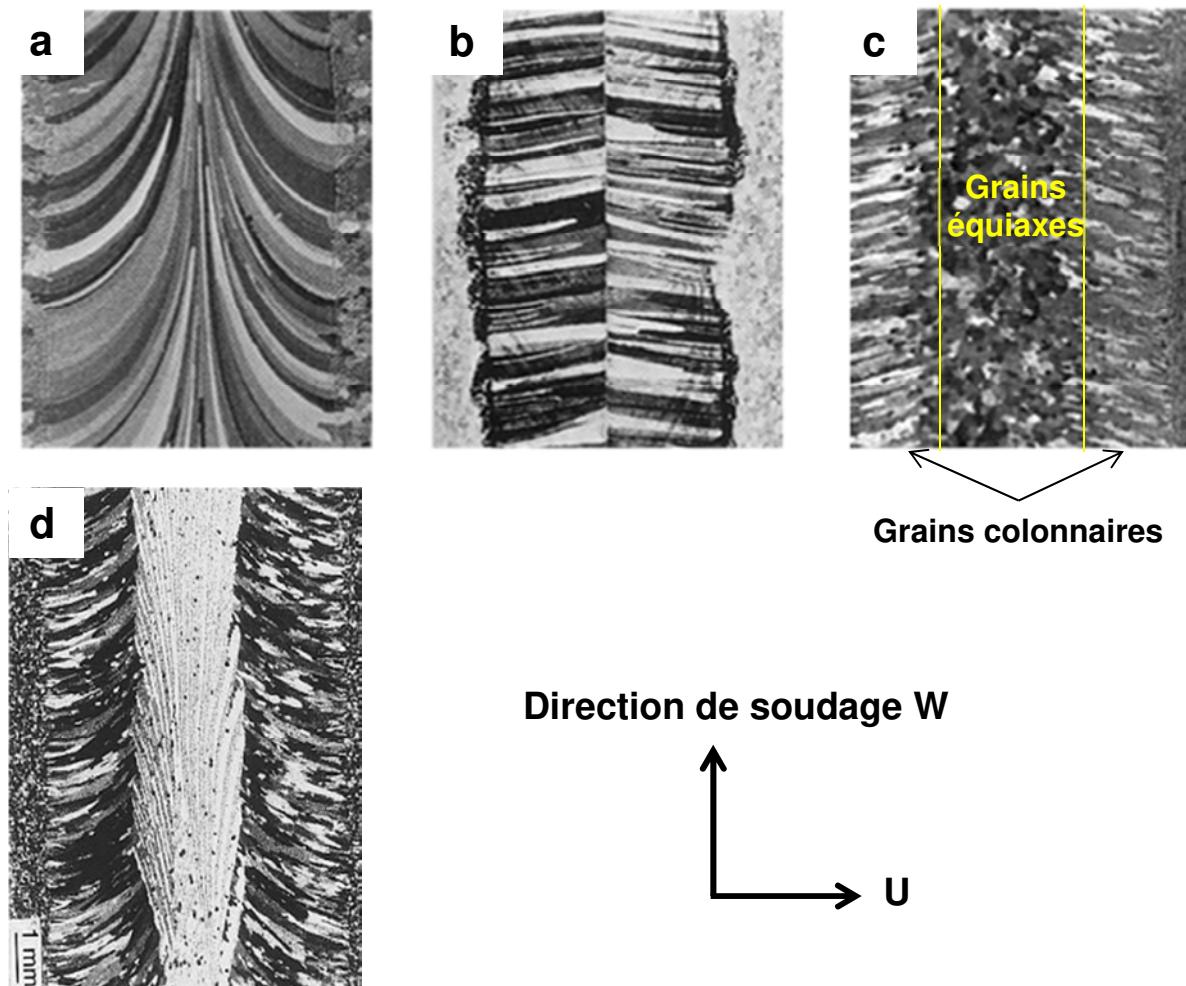


Figure 1-8 : Structures observées en soudage TIG d'alliage d'aluminium 1100 $W = 4,2 \text{ mm/s}$ (a), $W = 16,7 \text{ mm/s}$ (b), pour un aluminium 6061 avec $W = 12,7 \text{ mm/s}$ (c), alliage d'aluminium 1100 présentant des grains axiaux à $3,6 \text{ mm/s}$ [1-46]

3.2.2. Simulation des microstructures : MINA

Un code chargé de modéliser les structures dans les joints soudés est développé depuis 2003 [1-43] par EDF (Électricité de France) et se nomme MINA (Modeling the anIsotropy from Notebook of Arc welding). Son développement s'inscrit dans la continuité des travaux de Chassignole [1-39] pour effectuer des simulations de propagation d'onde ultrasonore sur des microstructures soudées modélisées. Il a d'abord été dédié aux soudures à l'électrode enrobée.

MINA n'est pas un modèle de solidification et travaille à l'échelle macroscopique. Ce modèle s'appuie sur une description phénoménologique de trajectoire de croissance des grains par analyse micrographique. Les grandeurs caractéristiques alimentant le code sont reliées aux différentes données figurant dans le notebook du soudeur, permettant ainsi la simulation des structures dans les soudures, ce qui suppose que la croissance des grains s'effectue de façon épitaxiale [1-43]. La trajectoire de croissance des grains est déterminée par un algorithme qui fait tendre cette trajectoire vers celle suivie par le gradient thermique. Le modèle prend en compte l'inclinaison des passes les

unes par rapport aux autres (Figure 1-6) pour reproduire les virages suivis par les grains (Figure 1-8a).

Les trajectoires prédictes par MINA sont superposées aux trajectoires réelles suivies par les grains pour vérifier la validité du modèle. Le résultat est affiché en termes de lignes de niveaux sur la Figure 1-9.

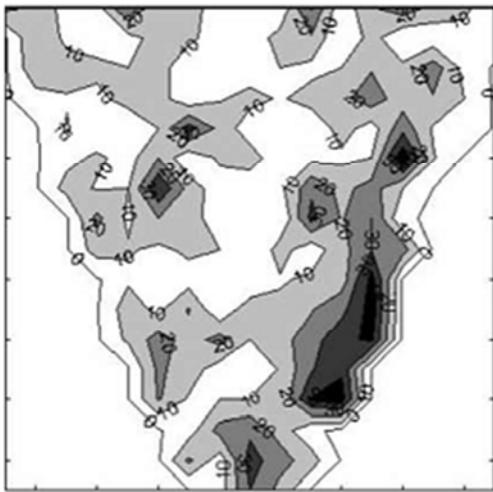


Figure 1-9 : Différences entre les orientations des enveloppes des grains mesurées sur micrographie et modélisation illustrées par des lignes de niveaux 0 - 10° - 20° - 30° [1-43]

L'analyse des lignes de niveaux (Figure 1-9) révèle que le modèle est sensible sur certaines zones du joint soudé : à la racine et sur les bords en contact avec le chanfrein. Ces erreurs sont causées par l'absence de lois de solidification en termes de sélection et de croissance de grains. Les résultats sont tout de même satisfaisants dans la mesure où il n'existe aucun modèle de ce genre avant celui-ci.

Par la suite, ce code a été couplé avec un code de simulation de propagation d'onde ultrasonore (ATHENA) en 2D [1-47]. Le travail collaboratif de recherche MOSAICS (MOdélisation d'une Soudure Austénitique Inspectée par Contrôle ultraSonore) a été lancé en 2012 pour pouvoir appliquer MINA à d'autres procédés de soudage et mettre en place des modèles 3D [1-48]. Si les résultats obtenus en configuration 3D pour des milieux homogènes et isotropes sont satisfaisants, il est nécessaire d'améliorer la simulation des microstructures hétérogènes rencontrées en soudage [1-49].

III. Phénomènes de solidification

Ce paragraphe a pour objectif de présenter l'état de l'art de la solidification. En dehors des propriétés intrinsèques aux alliages, la solidification d'un alliage métallique dépend de deux paramètres : le gradient thermique et la vitesse de croissance du solide. Dans le cas du soudage, le gradient thermique est imposé par la source de chaleur et la vitesse de croissance est imposée par la vitesse de soudage sans oublier les propriétés du matériau. Il convient donc de décrire les étapes de la formation des structures de solidification et de présenter le modèle permettant de simuler des structures de solidification : le modèle CAFE. Par souci de simplification, **les lois de solidification présentées dans la suite sont décrites pour un alliage binaire.**

1. Genèse des microstructures de solidification

1.1. Interface plane et redistribution en soluté

Le mode de croissance en front plan est le plus simple à décrire. Une interface plane progresse dans le liquide à une vitesse V dans un gradient thermique G imposé par la région froide et la région chaude, illustrée par la Figure 1-10.

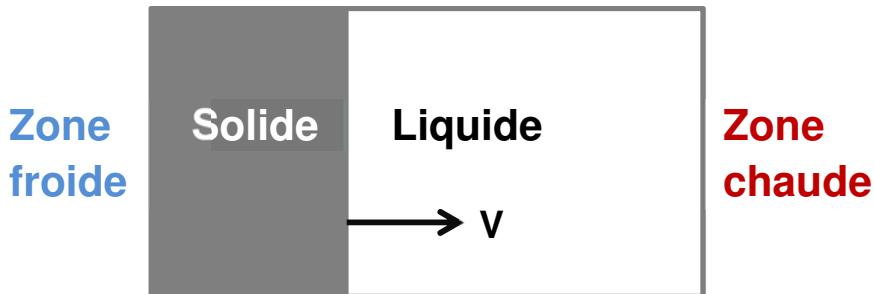


Figure 1-10: Schéma d'une interface plane

En réalité, l'interface solide/liquide est sujette à diverses perturbations. La plus simple à décrire est la perturbation d'origine chimique. Elle a pour origine la différence de solubilité du soluté entre le solide et le liquide. Cette redistribution est caractérisée par le coefficient de partage k choisi inférieur à l'unité dans ce cas. La définition (1-1) de ce dernier suppose l'équilibre thermodynamique atteint à l'interface solide/liquide.

$$k = \frac{w_s^*}{w_l^*} \quad (1-1)$$

avec w_s^* la concentration massique en soluté dans le solide et w_l^* la concentration massique en soluté dans le liquide à l'interface solide/liquide (1-1). Cette différence de solubilité est expliquée simplement par le diagramme de phase binaire type présenté en Figure 1-11 où w_0 est la concentration massique moyenne en soluté. Lorsque la température est nettement supérieure au liquidus, la concentration en soluté dans le liquide est homogène et égale à w_0 .

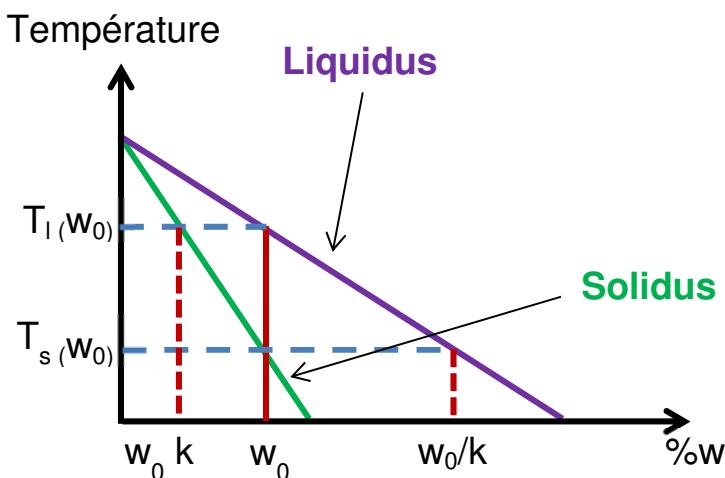


Figure 1-11 : Diagramme de phase binaire présentant la redistribution en soluté en fraction massique [1-50]

Lorsque la température du liquide diminue et atteint la valeur du liquidus pour la concentration w_0 , la phase solide apparaît dans le liquide (Figure 1-11). La solubilité du soluté est différente dans le solide et dans le liquide, impliquant des différences de compositions appelées ségrégations, dans l'une ou l'autre des phases (solide ou liquide). D'après la Figure 1-11, la concentration en soluté dans le premier solide formé est de $k w_0$. En fin de solidification, la teneur en soluté du liquide est de w_0/k . Il y a donc ségrégation du soluté du solide vers le liquide dans le cas illustrés par la Figure 1-11.

Dans des conditions de solidification rapide (vitesse de solidification supérieure à environ 1 m/s [1-51]), le coefficient de partage est fonction de la vitesse de croissance et son évolution est donnée par le modèle d'Aziz [1-52]. Pour les fortes vitesses, k tend vers 1. On parle alors d'effet de piégeage de soluté [1-53], [1-54]. Dans ces conditions, la pente de liquidus est également modifiée par la vitesse, comme mentionné dans [1-55].

1.2. Microségrégation

La redistribution en soluté induit une évolution de la composition du solide formé au cours de la solidification. Ce phénomène est la ségrégation à l'échelle microscopique. On parle alors de microségrégation. La modélisation de ce phénomène passe par l'écriture d'un bilan de soluté à l'interface solide liquide. En fonction des conditions de solidification (principalement la vitesse de progression de l'interface), la microségrégation présentée par le même alliage est différente.

Si l'on considère l'élément de volume représenté en Figure 1-10, le bilan de masse s'écrit :

$$f_s * w_s + f_l * w_l = w_0 \quad (1-2)$$

$$d(f_s * w_s) + d(f_l * w_l) = 0 \quad (1-3)$$

$$f_s + f_l = 1 \quad (1-4)$$

avec f_s et f_l les fractions massiques de solide et de liquide, w_s est la composition du solide et w_l la composition massique du liquide en soluté. Avec ces équations, on suppose que le soluté n'appartenant pas au solide appartient au liquide et réciproquement. Les modèles présentés dans la suite sont les deux modèles basiques de microségrégation. La différence entre ces deux modèles réside dans le fait de considérer ou non la diffusion du soluté dans les phases solide et/ou liquide.

Dans ce paragraphe, la solidification se passe à l'équilibre, c'est-à-dire sans gradient de concentration dans le solide et le liquide. Dans ces conditions, w_s et w_l sont reliés à la composition en soluté moyenne w_0 par le coefficient de partage k . En supposant k constant, l'équation (1-3) devient la règle du bras de Levier (1-5).

$$w_s = k * \frac{w_0}{1 - f_s * (1 - k)} \quad (1-5)$$

Dans des conditions de solidification réelle, les temps parfois courts ne permettent pas au solide de s'homogénéiser par diffusion. L'hypothèse d'une diffusion nulle dans le solide conduit au modèle de Scheil. La Figure 1-12 donne la représentation schématique du profil de concentration obtenu pour une telle hypothèse.

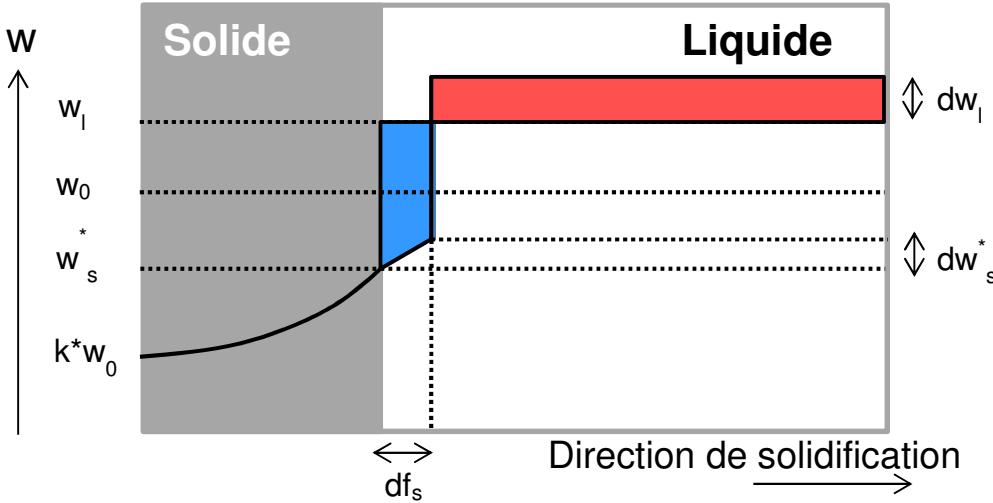


Figure 1-12 : Représentation schématique des profils de concentration rencontrés lors d'une solidification sans diffusion du soluté dans le solide

Dans ces conditions, l'équation (1-3) devient l'équation (1-6), qui par intégration, devient le modèle de Scheil (1-7).

$$(1 - k) * \frac{df_s}{1 - f_s} = \frac{dw_s^*}{w_s^*} \quad (1-6)$$

$$w_s^* = \frac{k * w_0}{(1 - f_s)^{1-k}} \quad (1-7)$$

Il existe d'autres modèles de microségrégation, celui de Clyne-Kurz [1-56] ou celui de Kobayashi [1-57] qui sont des compromis entre les modèles de Scheil et de Levier. Pour illustrer ces modèles, une description rapide du modèle de Clyne-Kurz [1-56] est faite dans la suite. Les auteurs définissent le paramètre de rétrodiffusion u dont l'expression est donnée en (1-8) et (1-9) :

$$u = 1 - 2 * \alpha' * k \quad (1-8)$$

$$\alpha' = \alpha * \left(1 - \exp\left(-\frac{1}{\alpha}\right)\right) - 0,5 * \exp\left(-\frac{1}{2\alpha}\right) \quad (1-9)$$

Le nombre adimensionné α' est calculé à partir du nombre de α . Ce nombre (défini par l'équation (1-10)) caractérise la part du flux de matière qui est transmise au solide à un instant t par rapport à la quantité de soluté stockée par le solide. Physiquement, plus le nombre de Fourier est grand, plus le solide est riche en soluté à un temps donné.

$$\alpha = D^s * \frac{4 * \Delta T_0}{G * V * L^2} \quad (1-10)$$

avec ΔT_0 l'intervalle de solidification de l'alliage (différence entre les températures de liquidus et de solidus de l'alliage), G le gradient thermique, V la vitesse de progression de l'interface solide/liquide, L une distance caractéristique de la solidification et D^s le coefficient de diffusion du soluté dans le solide. On note que α' est compris entre 0 ($\alpha \rightarrow 0$, Scheil) et 0,5 ($\alpha \rightarrow \infty$, Leviers). Le profil de microségrégation est alors donné par l'équation (1-11).

$$w_s^* = k * w_0 * (1 - u * f_s)^{-\frac{1-k}{u}} \quad (1-11)$$

Les lois des Leviers et de Scheil correspondent aux deux cas limites du modèle de Clyne-Kurz. La règle des Leviers suppose une diffusion rapide du soluté vers le solide, soit $\alpha' = 0,5$. Le modèle de Scheil suppose une diffusion nulle du soluté dans le solide, soit $\alpha' = 0$.

Des modèles de microségrégation plus sophistiqués existent. On peut citer celui de Wang-Beckermann [1-58] ou encore le modèle de Tong-Beckermann [1-59], qui est le modèle analytique le plus général existant à ce jour. Le modèle de Tong-Beckermann, est amplement décrit dans le chapitre 3 du manuscrit.

En plus de connaître le développement des hétérogénéités chimiques au niveau de la dendrite, les modèles de microségrégation donnent le chemin de solidification de l'alliage. Les modèles de ségrégations, croisés avec le diagramme de phase, donnent accès au chemin de solidification de l'alliage, c'est-à-dire l'évolution de la fraction solidifiée en fonction de la température.

1.3. Notion de surfusion

La microségrégation génère donc un gradient de composition chimique G_c à l'interface solide/liquide. Ce gradient est converti en température par l'intermédiaire de la pente m du liquidus, créant ainsi une différence de température entre la température d'équilibre thermodynamique (température du liquidus du métal pour une teneur en soluté moyenne w_0) et la température réelle de l'interface. Cette différence de température est la surfusion chimique. D'autres phénomènes créent d'autres gradients à l'interface, dont la somme des contributions est regroupée dans l'expression de la surfusion.

Les différents gradients déstabilisant l'interface ont pour origine les différences de concentration en soluté et les gradients de température provoqués par la géométrie de l'interface liquide/solide. La surfusion correspond donc à la différence de température entre la température de fusion de l'alliage et la température réelle à l'interface. L'expression de la surfusion ΔT est donnée par l'équation (1-12).

$$\Delta T = \Delta T_T + \Delta T_R + \Delta T_K + \Delta T_C \quad (1-12)$$

Avec :

- ΔT_T la surfusion thermique représentant la chaleur qui peut être extraite du bain sans que celui-ci ne puisse se solidifier
- ΔT_R la surfusion due à l'effet de courbure de l'interface solide liquide présente à l'interface (1-13)
- ΔT_K la surfusion d'attachement cinétique présente à l'interface (1-14)
- ΔT_C la surfusion chimique présente à l'interface due à la ségrégation du soluté (1-15)

Les expressions des différentes surfusions sont données ci-après :

$$\Delta T_R = \frac{V_m^s}{\Delta S_f} * \gamma_s^l * K = \Gamma * K \quad (1-13)$$

avec V_m^s le volume molaire du solide, ΔS_f l'entropie de fusion molaire, K le rayon de courbure local de l'interface solide/liquide et γ_s^l la tension de surface entre le liquide et le solide et Γ la constante de capillarité ou coefficient de Gibbs-Thomson.

$$\Delta T_K = a * R_{gaz} * \frac{T_f}{D^l * \Delta S_f} * v \quad (1-14)$$

avec a la distance de saut inter atomique, R_{gaz} la constante des gaz parfaits, D^l le coefficient de diffusion du soluté dans le liquide et v la vitesse de croissance.

$$\Delta T_C = m * G_c \quad (1-15)$$

avec m la pente du liquidus et G_c le gradient chimique dans le liquide.

Dans le cas qui nous intéresse, la surfusion thermique est négligée. En effet, la distance caractéristique de diffusion thermique δ_T est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à la distance caractéristique de diffusion chimique δ_C :

$$\delta_T \approx \frac{z}{V} \text{ et } \delta_C \approx \frac{D^l}{V} \text{ donc, pour les alliages de nickel, } \frac{\delta_T}{\delta_C} \approx \frac{z}{D^l} \approx \frac{10^{-5}}{10^{-9}} \gg 1$$

où z est la diffusivité thermique de l'alliage.

Il en est de même pour la surfusion cinétique. D'après [1-60], cette contribution est négligeable pour les vitesses de croissance inférieure au mètre par seconde, ce qui est le cas en soudage à l'arc. L'équation (1-12) est simplifiée et devient l'équation (1-16).

$$\Delta T = \Delta T_R + \Delta T_C \quad (1-16)$$

En première approximation, on peut considérer que l'expression de la surfusion est de la forme $\Delta T = \frac{G * D^l}{V}$ pour les procédés mettant en jeu de forts gradients thermiques et de faibles vitesses. Elle est de la forme $\Delta T \approx V^{0.5}$ pour les grandes vitesses de croissance [1-61]. On saisit immédiatement l'importance de la vitesse de croissance sur la surfusion. Le modèle de Kurz Giovanola Trivedi (KGT) [1-62] permet de déterminer l'expression de la surfusion en fonction de la vitesse pour un gradient donné. Ce modèle sera présenté dans le chapitre 3 de ce manuscrit.

Ces différents gradients génèrent des perturbations à l'interface. Sous certaines conditions, ces perturbations peuvent modifier la morphologie de croissance, qui est, jusqu'à présent, un front plan.

1.4. Déstabilisation du front plan

L'analyse de la déstabilisation sinusoïdale de l'interface plane est faite par Mullins et Sekerka [1-63]. Si l'on considère que les champs de températures et de concentrations en soluté ne sont pas affectés par la présence d'une perturbation, la température et les concentrations sont différentes entre une pointe et un ventre. Elles peuvent ainsi être exprimées à partir des gradients existants à

l'origine de l'interface plane. La longueur des perturbations λ peut alors être définie simplement par la relation (1-17).

$$\lambda = 2 * \pi * \left(\frac{\Gamma}{\Phi} \right)^{0.5} \text{ avec } \Phi = m * G_c - G \quad (1-17)$$

Il existe une longueur d'onde λ_i telle que les perturbations restent stables. Le terme Γ/Φ exprime le ratio entre les forces capillaires et les forces d'instabilité causées par la surfusion chimique. Si Φ est proche de 0, la longueur d'onde des perturbations est infinie, d'où l'existence d'une interface plane.

La perturbation de longueur λ se propage dès l'instant où la condition définie par l'équation (1-18) est satisfaite, définissant ainsi le critère de déstabilisation de l'interface plane [1-50]. À la limite de stabilité, le front plan se déplace à une vitesse maximale approximativement égale à $\frac{G * D^l}{\Delta T_0}$.

$$G < mG_c \quad (1-18)$$

Pour aller plus loin, si la surfusion chimique domine largement le gradient thermique, il est possible d'écrire $\Phi \approx m * G_c$, que l'on peut traduire par $m * G_c = \Delta T_0 * \frac{v}{D^l}$. La période de la perturbation est donc fonction de la vitesse de croissance du solide. Si la longueur d'onde des perturbations de l'interface est supérieure à la longueur caractéristique de diffusion, le front plan redeviendra stable. Cette limite est la limite de stabilité absolue (1-19) [1-50].

$$v > \frac{D^l * \Delta T_0}{\Gamma * k} \quad (1-19)$$

Pour des conditions de solidification comprises entre ces deux critères, le solide adopte des morphologies de croissance différentes du front plan. Elles font l'objet du paragraphe suivant.

2. Structures de solidification

Deux modes de croissance sont identifiés en solidification. La croissance libre, où l'on considère l'évolution d'une particule de solide isolé dans un liquide en surfusion et la croissance contrainte, où le solide croît sous des conditions imposées par le gradient thermique. Etant donné que les procédés de soudage imposent un gradient thermique lors de l'établissement des structures, ce mode de croissance est détaillé dans le paragraphe suivant. La croissance libre est brièvement décrite, car même si elle n'a pas été observée dans ce travail, il est possible d'observer des transitions colonnaire équiaxe (TCE) dans les soudures.

2.1. Croissance contrainte : structures colonnaires

2.1.1. Morphologie

Les morphologies de croissance sont contrôlées par le rapport G/V. Une fois le front plan déstabilisé, la nouvelle structure de solidification est une structure cellulaire ou dendritique. Les pointes peuvent rejeter du soluté dans toutes les directions, elles tendent à croître plus rapidement que les ventres, et adoptent une forme de cellule (Figure 1-13a et Figure 1-13b). Si les conditions de croissance sont telles qu'elles conduisent à la formation de dendrites, le changement de morphologie est rapide. L'apparition de bras secondaires témoigne du changement de morphologie.

Dans ce mode de solidification, le gradient de température est tel que la chaleur s'évacue du liquide vers le solide.

Suivant les conditions de croissance, la dendrite développe des bras avec un ordre différent. Les espacements entre les troncs λ_1 et entre les bras λ_2 caractérisent la dendrite. Des arbres tertiaires peuvent également être présents au niveau de la pointe de la dendrite (Figure 1-13c et Figure 1-13d). La valeur mesurée de λ_1 dans les structures solidifiées est identique à celle de la croissance alors que celle des bras secondaires λ'_2 est augmentée du fait du long contact entre les branches et le liquide inter dendritique (Figure 1-13d). Ceci peut aussi contribuer à la dissolution de bras tertiaires ou d'ordre supérieur. La valeur mesurée après solidification correspond à λ_2 .

2.1.2. Bras primaire λ_1

Il existe une relation relativement simple entre les caractéristiques de la structure et le gradient thermique G. Cette relation (1-20) est donnée par Kurz et Fisher [1-50] :

$$\lambda_1 = \left(\frac{3 * \Delta T' * R}{G} \right)^{0,5} \quad (1-20)$$

Les grandeurs figurant dans (1-20) sont :

- G : gradient de température local de la zone fondu
- R : rayon de courbure de la pointe des structures colonnaires
- $\Delta T'$: différence de températures entre la pointe de la colonne et le point de fusion du dernier solide

En première approximation, $\Delta T'$ peut être considérée comme étant égale à l'intervalle de solidification des alliages ΔT_0 . R est donné par [1-50] dans (1-21) :

$$R = \left(\frac{4 * \pi^2 * \Gamma * D^l}{k * \Delta T' * V} \right)^{0,5} \quad (1-21)$$

Cette approximation est valable pour les procédés mettant en jeu un nombre de Péclet P_e tel que $P_e = V * \frac{R}{2*D^l}$ proche de 0,5. Notons que la valeur de R correspond à la plus petite perturbation λ déstabilisant l'interface plane. Ceci correspond au critère de stabilité marginale introduit par Langer et Müller-Krumbhaar en 1978 [1-64].

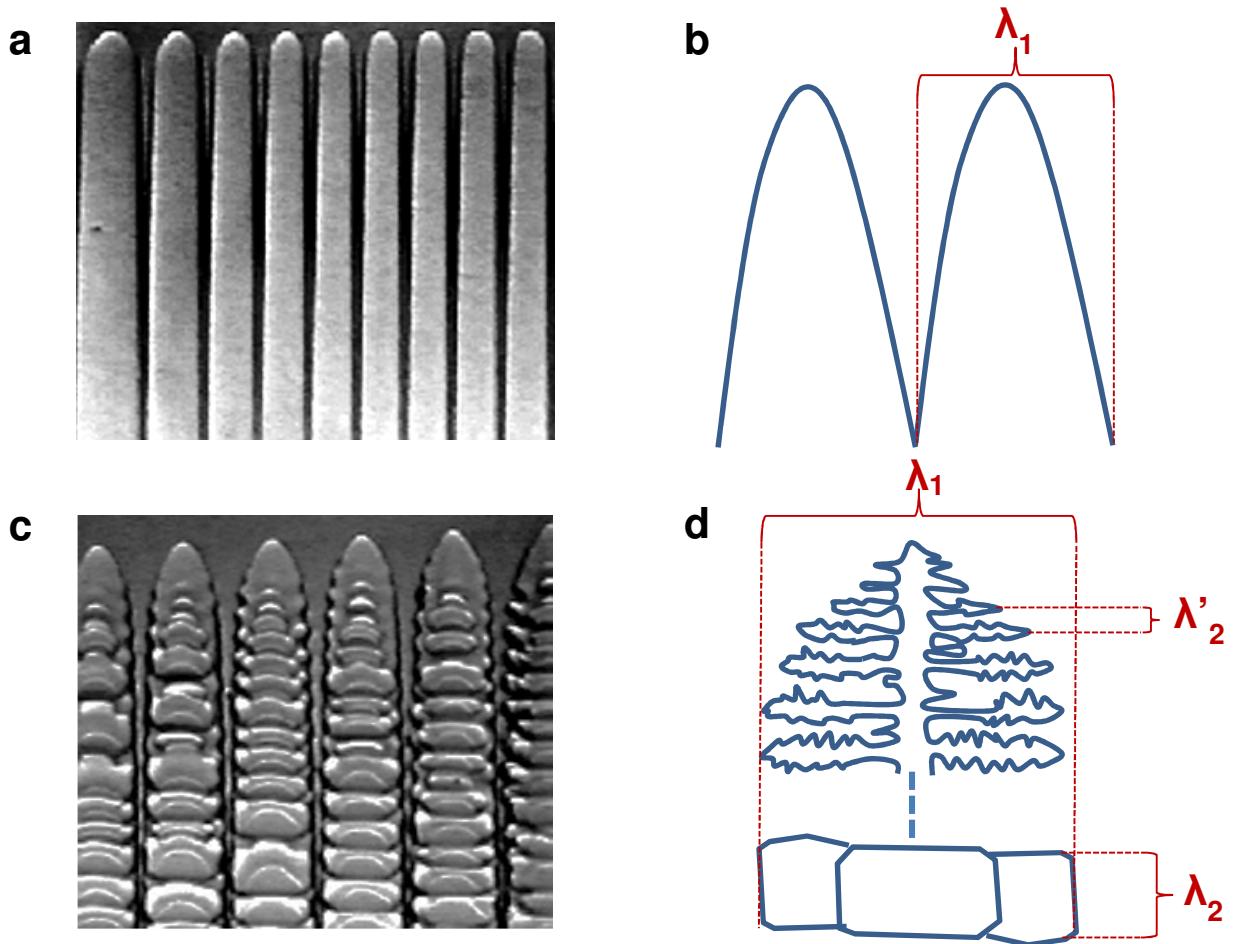


Figure 1-13 : Morphologie de croissance cellulaire [1-65] (a), Schéma d'une structure cellulaire (b), Morphologie de croissance dendritique [1-65] (c) et Schéma d'une dendrite (d)

La transition cellule dendrite pour les basses vitesses est définie par le minimum de la courbe Pe vs V. Par analogie avec la transition basse vitesse, Kurz et al [1-62] ont proposé de prendre le minimum de la courbe R vs V comme critère de transition cellule dendrite à haute vitesse.

2.1.3. Bras secondaire λ_2

Les bras secondaires apparaissent suite à une déstabilisation de l'interface des cellules dans la zone pâteuse d'une manière similaire avec celle décrite pour la déstabilisation du front plan. Ces déstabilisations provoquent l'apparition de bras secondaires perpendiculaires au tronc de la cellule initiale. Les champs de diffusion de ces nouveaux bras s'interceptent les uns avec les autres provoquant l'arrêt de la croissance. Un phénomène de coalescence ou mûrissement d'Ostwald se produit. Les bras les plus fins sont refondus et viennent augmenter le diamètre des bras secondaires les plus gros. Comme pour le mûrissement en précipitation, l'espacement secondaire est proportionnel à la racine cubique du temps (1-22).

$$\lambda_2 = 5,5 * \Gamma * D^l * \left(\frac{\ln\left(\frac{C_e}{C_0}\right)}{m * (1 - k) * (C_0 - C_e) * t_f} \right)^{-\frac{1}{3}} \text{ ou } \lambda_2 = A * t_f^{-n} \quad (1-22)$$

avec C_e la teneur en soluté de l'eutectique, A une constante et $n \approx 1/3$, t_f le temps local de solidification défini par $t_f = |\frac{\Delta T_0}{GV}|$.

2.2. Structure équiaxe

Dans beaucoup de procédés de solidification, la morphologie de croissance n'est pas totalement colonnaire. La Figure 1-14 schématise les deux phénomènes de croissance observés dans la zone pâteuse. Dans certaines conditions, des grains dit équiaxes germent et croissent dans le liquide en surfusion. Ces grains, s'ils sont assez nombreux, peuvent bloquer la progression du front colonnaire par sédimentation. On parle alors de transition colonnaire-équiaxe [1-66]. Cette croissance est qualifiée de croissance libre car, contrairement au cas de la croissance colonnaire, la chaleur s'évacue par le liquide environnant. La vitesse de croissance n'est plus imposée par le gradient thermique mais uniquement par la surfusion du liquide au voisinage du grain équiaxe. Comme les structures colonnaires, ces grains peuvent adopter deux morphologies : globulaires ou dendritiques. Dans le cas de grains dendritiques, les dimensions caractéristiques des espacements primaire et secondaire sont les mêmes que dans le cas de la croissance colonnaire.

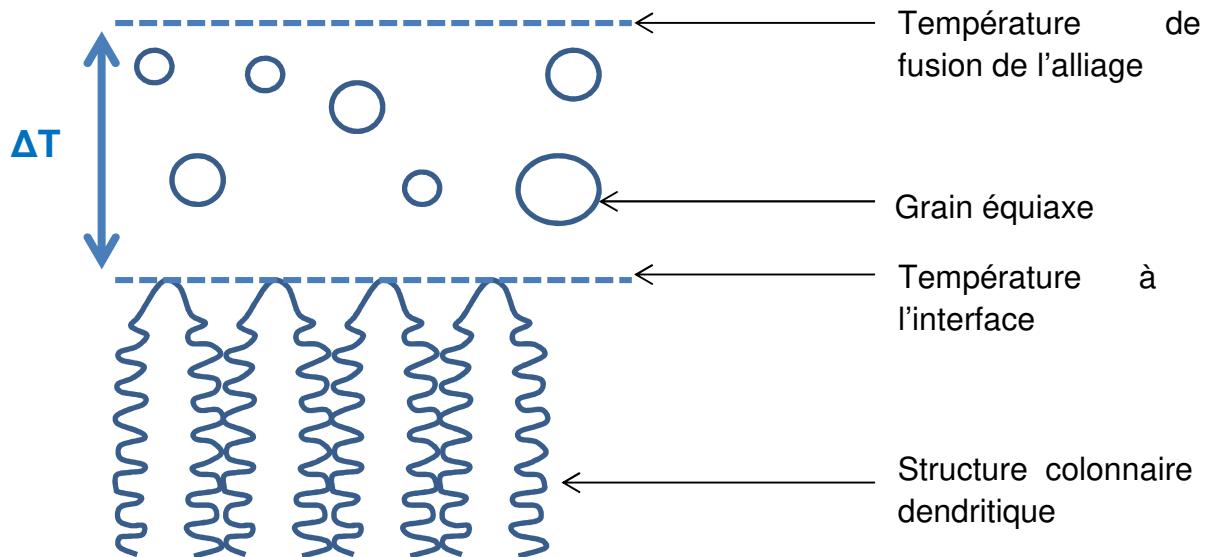


Figure 1-14 : Schéma de la structure type d'une transition colonnaire équiaxe

Les phénomènes liés à l'existence ces structures équiaxes sont divisés en trois grands types de mécanismes. Le premier mécanisme est la germination hétérogène. Ce mécanisme repose sur le fait que la zone de surfusion située devant le front de solidification colonnaire est propice à la germination de grains équiaxes à condition que la surfusion soit suffisamment importante pour déclencher la croissance du germe. Dans le cas des alliages inoculés, Quested [1-67] a relié la surfusion nécessaire à la croissance des grains équiaxes à la taille des particules inoculantes. Le second mécanisme est le mécanisme « big bang » proposé par Chalmers [1-68]. Ce mécanisme est spécifique au procédé de coulée et met en jeu la préexistence de cristaux solides avant que toute solidification significative n'intervienne. Le dernier mécanisme favorisant l'apparition de grains équiaxes est le phénomène de fragmentation des dendrites par détachement des bras secondaires [1-69].

2.3. Lien avec le soudage

Le développement des microstructures de solidification en soudage est résumé par la Figure 1-15.

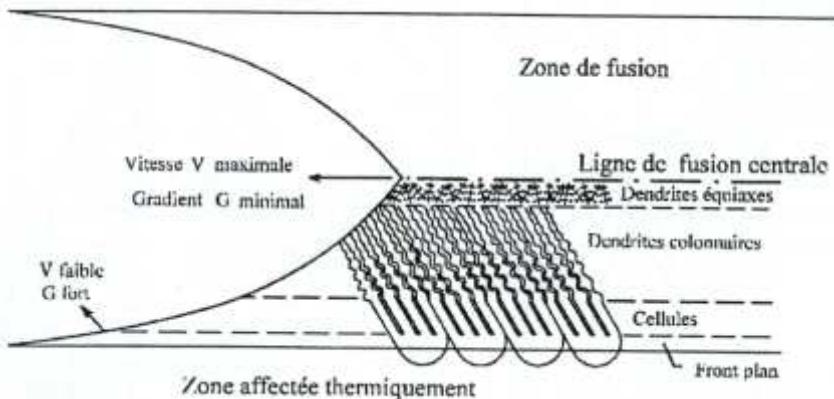


Figure 1-15 : Représentation schématique de la microstructure en soudage [1-28]

En soudage, le gradient thermique et la vitesse de croissance évoluent fortement le long de la ligne de fusion, c'est-à-dire des bords de la soudure à la ligne centrale. Le gradient est maximal sur le bord du bain et diminue en se rapprochant de la ligne centrale tandis que la vitesse est minimale au bord du bain et maximale au niveau de la ligne centrale. Selon leurs positions, les microstructures peuvent varier, c'est-à-dire passer d'une croissance front plan à une croissance colonnaire cellulaire/dendritique, et, dans certains cas, observer une transition colonnaire équiaxe au centre de la soudure (Figure 1-15).

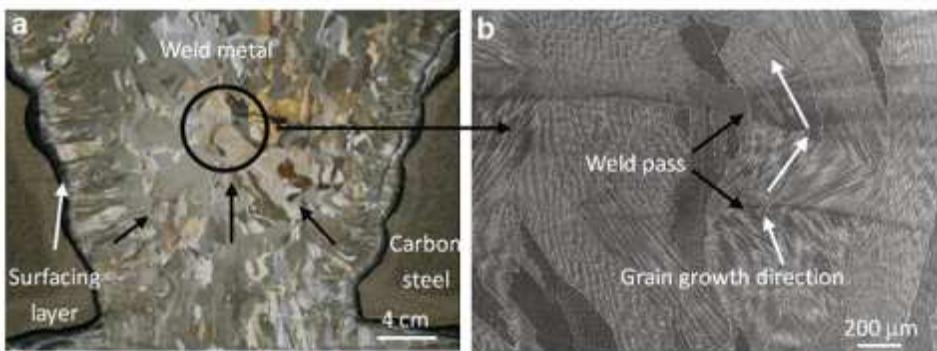


Figure 1-16 : Observation d'une soudure multi-passes 304LvsFM52 (a) vue macroscopique et (b) vue microscopique [1-11]

En pratique, les microstructures du soudage sont assez complexes, comme en témoigne la Figure 1-16a qui présente une macrographie d'une soudure multi-passes et la Figure 1-16b qui montre une observation microscopique au cœur de la soudure. On observe bien l'aspect colonnaire des grains partant du bord du métal de base (Figure 1-16 a). Les structures de solidifications mises en exergue par la Figure 1-16 b montrent qu'il est impossible de décrire simplement l'établissement de telles microstructures.

On a vu qu'il était possible de rencontrer deux types de structures colonnaires : les cellules et les dendrites. Il y a deux critères pour les différencier. D'abord, on peut chercher à identifier la présence de bras secondaires. Néanmoins, on a vu que l'espacement secondaire diminuait avec

l'augmentation du produit GV, or, en soudage, GV est grand, de l'ordre de 500 K/s, ce qui implique des espacements secondaires très fins, et donc difficilement visibles. La meilleure façon de définir le type de croissance colonnaire est de connaître, à la fois, le gradient thermique et la direction cristalline de croissance de la microstructure. Cette information est difficile à obtenir. Étant donné que les métaux à souder sont polycristallins, il faut connaître l'orientation de chaque grain et avoir accès aux dendrites initiées par ces mêmes grains. Néanmoins, si la croissance était cellulaire, il n'y aurait pas d'anisotropie de texture dans les soudures puisque tous les grains présents à l'interface MB/ZF croîtraient dans la zone fondu. On aurait donc une structure isotrope dans la zone fondu, or ce n'est pas le cas.

La texture rencontrée dans les soudures ne peut être le fruit que d'une croissance dendritique. Au cours de cette croissance, les structures dendritiques les moins bien orientées par rapport au gradient s'éliminent et il ne subsiste que les grains orientés favorablement (par rapport au gradient thermique). C'est la sélection de grains.

2.4. Germination/croissance des structures de solidification en soudage

2.4.1. Germination

Les lois de la thermodynamique indiquent que, sous la température de liquidus d'un alliage, la forme solide est plus stable que le liquide. Cependant, la solidification n'est pas immédiate. L'aspect cinétique doit alors être pris en compte. La cinétique fait appel à la fois au processus de germination et de croissance, comme on l'a vu pour les structures équiaxes. Dans le cas du soudage, il n'y a pas d'étape de germination avant de débuter la croissance car les « germes » sont déjà présents. Ces « germes » sont les grains du métal de base situés à l'interface solide/liquide. La suite du paragraphe s'attache à montrer dans quelles conditions ces grains croissent.

2.4.2. Croissance

La croissance des dendrites s'effectue le long de directions cristallographiques préférentielles dépendant de la structure cristallographique du métal fondu. Dans le cas d'une croissance colonnaire cellulaire, la vitesse de croissance à la pointe des cellules V_n dans le liquide est reliée à la vitesse de soudage W (vitesse de déplacement de la source de chaleur) par (1-23). V_n correspond également à la vitesse de déplacement des isothermes.

$$\|\vec{V}_n\| = \|\vec{W}\| * \cos \theta \text{ avec } \theta = \vec{n} \cdot \frac{\vec{W}}{\|\vec{W}\|} \text{ ou } \vec{n} \text{ est la normale à l'interface solide liquide} \quad (1-23)$$

Dans le cas d'une croissance colonnaire dendritique, (1-23) doit être modifiée pour tenir compte des directions de croissance préférentielles, ce qui conduit à l'expression (1-24) de Rappaz et al [1-70] :

$$\|\vec{V}_{h k l}\| = \|\vec{W}\| * \frac{\cos \theta}{\cos \Psi_{h k l}} \text{ avec } \Psi_{h k l} \text{ l'angle entre la normale } \vec{n} \text{ et la direction } [h k l] \quad (1-24)$$

Pour un matériau de structure cubique comme les alliages bases nickel, les six directions de la famille <100> sont les directions privilégiées pour la croissance. Toutefois, il existe des exceptions

comme c'est le cas pour certains alliages d'aluminium [1-71]. Les six directions [100] sont représentées sur le schéma de la maille cubique en Figure 1-17.

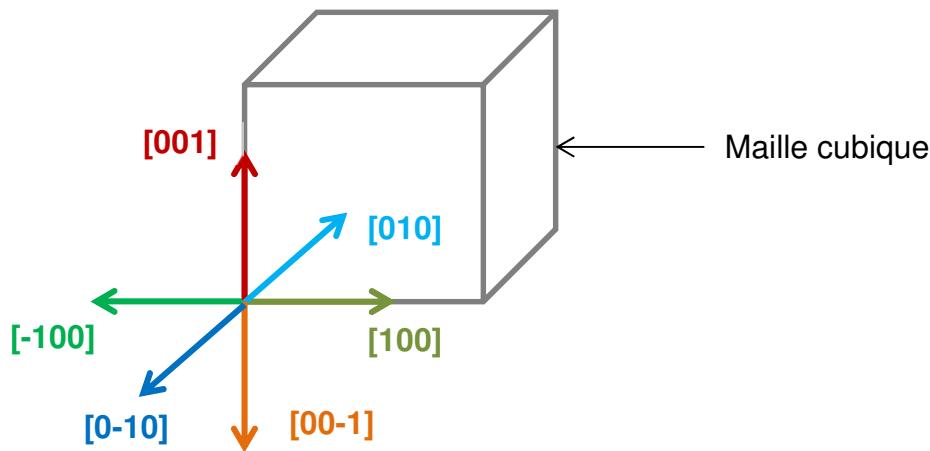


Figure 1-17 : Maille cubique et famille de directions <100>

Parmi les six directions possibles, celle qui sera favorisée est celle dont l'orientation est la plus colinéaire au gradient thermique à un endroit donné de l'interface solide/liquide, c'est-à-dire la direction la plus colinéaire à la normale à l'interface. Un angle Ψ_{hk1} minimum détermine quelle direction <100> sera adoptée localement à l'interface du bain de fusion. C'est donc l'orientation de la maille (orientation du grain) par rapport au gradient thermique qui détermine la vitesse de croissance du grain dans la zone fondu, déterminant ainsi la sélection des grains. Il faut préciser ici qu'en soudage, les grains croissent dans des conditions telles que le gradient thermique (norme et direction) et la vitesse des isothermes varient pendant le soudage. Les angles θ et Ψ_{hk1} changent en cours de solidification. Ces variations peuvent entraîner un changement de la direction de croissance. Un grain peut commencer à croître suivant [100] puis croître selon [010] durant le soudage. Dans ces conditions, les bras secondaires deviennent des bras primaires.

2.4.3. Sélection des grains

Le modèle de croissance est basé sur la croissance épitaxiale dont la représentation schématique est donnée en Figure 1-18.

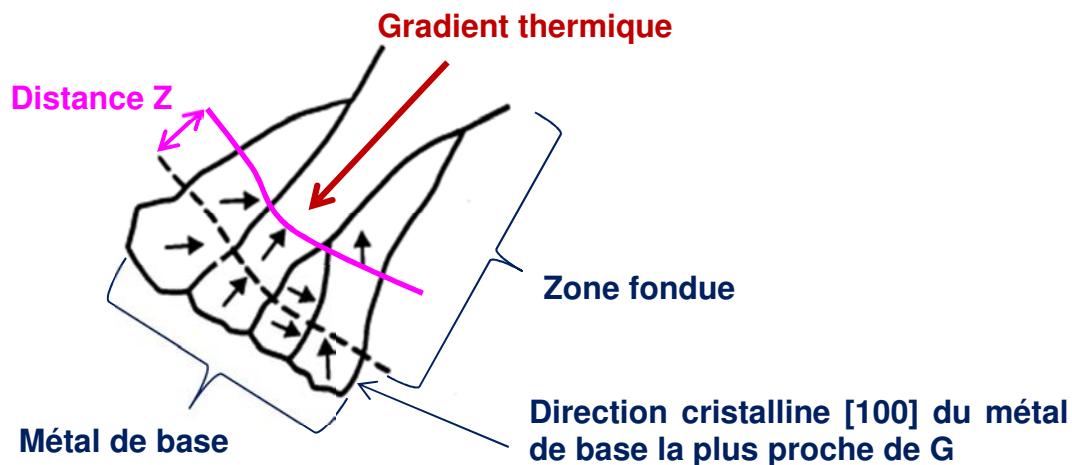


Figure 1-18 : Croissance épitaxiale et sélection des grains lors de la solidification en soudage

Au passage de la source de chaleur, tous les grains présents à l'interface croissent dans la direction cristalline [100] la plus proche du gradient. Après avoir solidifié sur une distance Z de la zone fondu, la sélection de grains s'opère, c'est-à-dire que les grains les moins bien orientés par rapport à G sont bloqués par les grains les mieux orientés (Figure 1-18). Cette sélection est due à la différence de vitesse de croissance des grains suivant leur orientation.

On considère deux dendrites croissant dans un liquide en surfusion aux vitesses v_1 et v_2 (Figure 1-19). Pour plus de simplicité, nous allons supposer que l'angle entre la vitesse de croissance imposée par le procédé et la normale au front de solidification vaut zéro. La dendrite croissant à la vitesse v_2 est désorientée d'un angle ψ par rapport au gradient thermique. La dendrite croissant à la vitesse v_1 est parfaitement colinéaire au gradient et croît donc avec la vitesse W imposée par le procédé. Le calcul de la vitesse de croissance s'effectue grâce à l'équation (1-24). On obtient alors :

$$v_1 = W \text{ et } v_2 = \frac{W}{\cos\psi}$$

La vitesse v_2 est donc supérieure à W et comme la vitesse de la pointe est directement reliée à la surfusion de la pointe de la dendrite, la dendrite croissant à la vitesse v_2 est donc légèrement en retrait par rapport à celle possédant la vitesse v_1 (la surfusion des dendrites croissant à la vitesse v_2 est plus importante que celle des dendrites possédant la vitesse v_1). Il en est de même pour tous les grains désorientés par rapport au gradient thermique.

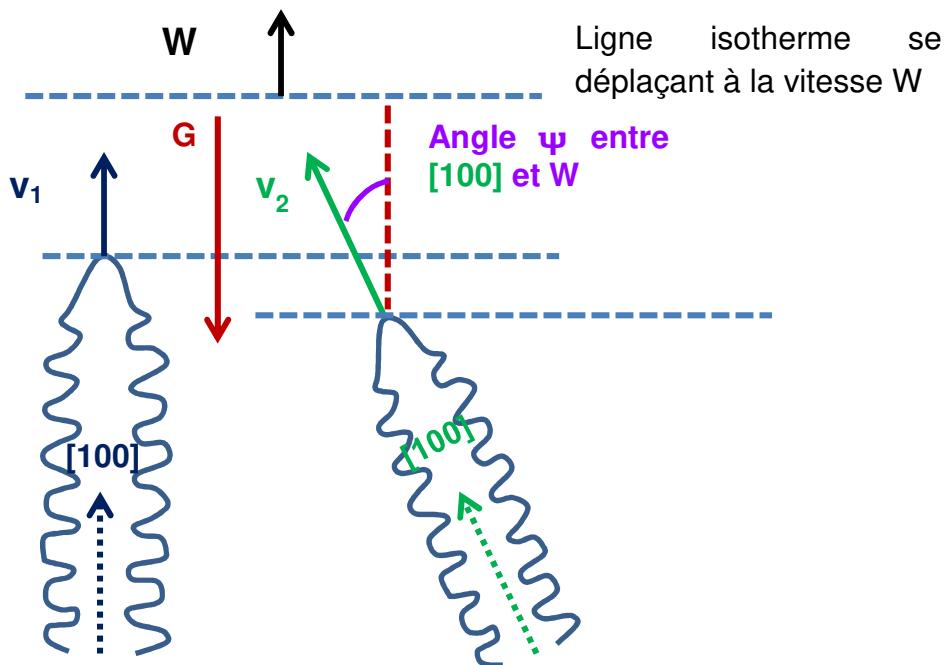


Figure 1-19 : Mécanisme de sélection des grains

Les dendrites désorientées peuvent être convergentes ou divergentes vis-à-vis des dendrites alignées avec le gradient. Ces deux situations sont résumées par la Figure 1-20.

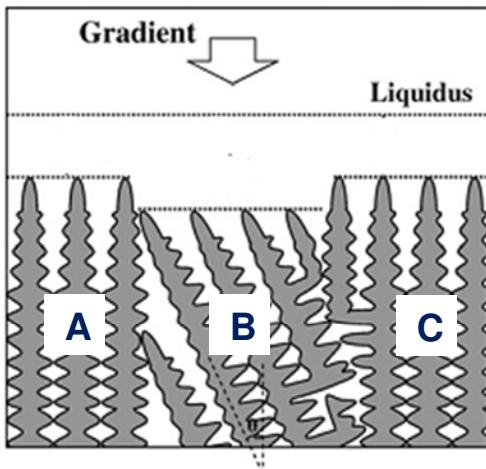


Figure 1-20 : Illustration schématique des mécanismes de compétition croissance [1-72]

Si les directions de croissance des dendrites sont convergentes alors les dendrites mal orientées sont directement bloquées par les autres bras (grains A et B de la Figure 1-20). Quand les directions de croissance des dendrites sont divergentes (grains B et C de la Figure 1-20), l'espace libre entre les deux familles de dendrites permet le développement d'un bras secondaire puis tertiaire issue d'un bras secondaire d'une dendrite colinéaire au gradient. Néanmoins, il a été montré par [1-72] que l'interaction des champs de soluté entre les différentes familles de dendrites peut favoriser la croissance des dendrites désorientées au détriment des dendrites colinéaires au gradient dans le cas de grains convergent (grains A et B de la Figure 1-20). On notera l'importance de la connaissance de la forme de l'interface entre métal de base et bain fondu, car suivant la forme de l'interface, des directions [100] propres à chaque géométrie d'interface seront sélectionnées, conduisant à des anisotropies différentes. L'influence de la forme du bain sur les directions de croissance a été bien mise en évidence par [1-73] et [1-74].

Il convient maintenant de voir les différents moyens de simulation de la solidification.

3. Modèles de solidification

3.1. Choix du modèle

Il existe plusieurs méthodes pour faire de la simulation des microstructures de solidification. Elles sont toutes présentées par M. Rappaz [1-75] et sont au nombre de trois : le champ de phase, le modèle mésoscopique et le modèle de solidification d'automate cellulaire ou le modèle CAFE (Cellular Automaton Finite Element).

Le champ de phase est réservé à l'amélioration de la compréhension de la formation des microstructures de solidification en raison de son coût important et du faible volume (quelques mm³) dans lequel il est possible de travailler. Le modèle mésoscopique est un modèle analytique de germination croissance couplé aux équations de transfert de masse et de chaleur. À l'heure actuelle, ce modèle a seulement été testé dans des configurations 2D et les résultats ont été uniquement comparés avec du calcul champ de phase, mais les résultats sont prometteurs [1-76]. Le choix se porte donc vers le modèle automate cellulaire.

Ces modèles ont été développés dans les années 90 pour simuler les phénomènes décrits dans ce chapitre. Ce modèle, initialement prévu pour les calculs en 2 dimensions [1-77], a été couplé avec un maillage éléments finis (FE) [1-78] pour réaliser le calcul de thermique. Il a été ensuite étendu au domaine 3D [1-79]. Il en résulte aujourd’hui le modèle CAFE. Ce modèle a connu de nombreuses améliorations. Il est capable de prendre en considération un grand nombre de phénomènes physiques liés à la solidification comme les mouvements de convection dans le bain fondu [1-80]. Dans un premier temps, CAFE était destiné à modéliser les procédés de coulées en 3D [1-81]. La première application CAFE pour le soudage date de 1996 [1-82]. Il s’agissait alors de calculs 2D. Aujourd’hui, cette approche commence à être employée dans la prédiction des microstructures soudées par soudage TIG en mode multi-passes [1-83], [1-84]. L’apport de matière est également pris en compte [1-85].

3.2. Construction du modèle CAFE

Le modèle CAFE couple deux approches : une approche macroscopique de type éléments finis pour résoudre le problème thermique et une approche microscopique pour le calcul de solidification. La taille de ce deuxième maillage est indexée sur la taille des bras secondaires des dendrites λ_2 . Comme tous les bras ne participent pas à la sélection des grains, la taille des mailles de l’automate cellulaire est de 4 à 5 fois les λ_2 . Pour initier la croissance des grains, le modèle utilise une densité de probabilité de présence de germes basée sur la surfusion. Des conditions particulières de germination peuvent être appliquées sur les parois d’un moule. La cinétique de croissance est basée sur la loi telle que la vitesse de croissance des dendrites est fonction de la surfusion. En utilisant le calcul thermique à l’échelle macroscopique et la loi de surfusion, le modèle CAFE simule la croissance des grains à l’échelle des bras secondaires de la dendrite.

L’approche de CAFE est schématiquement représentée par la Figure 1-21 et résumé par les 6 étapes décrites ci-dessous.

- (1) D’abord, le problème thermique est résolu par le maillage FE entre l’instant t et $t + \Delta t$, avec Δt le macro-pas de temps du maillage FE.
- (2) Ensuite, les températures au centre des cellules du maillage CA sont interpolées à l’instant $t + \delta t$, avec δt le micro-pas de temps du maillage FE.
- (3) Certaines cellules sont activées suivant une loi de germination
- (4) Le solide croît suivant la loi de surfusion
- (5) La fraction solide des cellules capturées est convertie en enthalpie. Cette opération est répétée n fois de telle sorte que $\Delta t = n * \delta t$
- (6) Le rejet de chaleur latente est réalisé aux nœuds du maillage FE, les températures et le temps sont actualisés et le calcul se poursuit

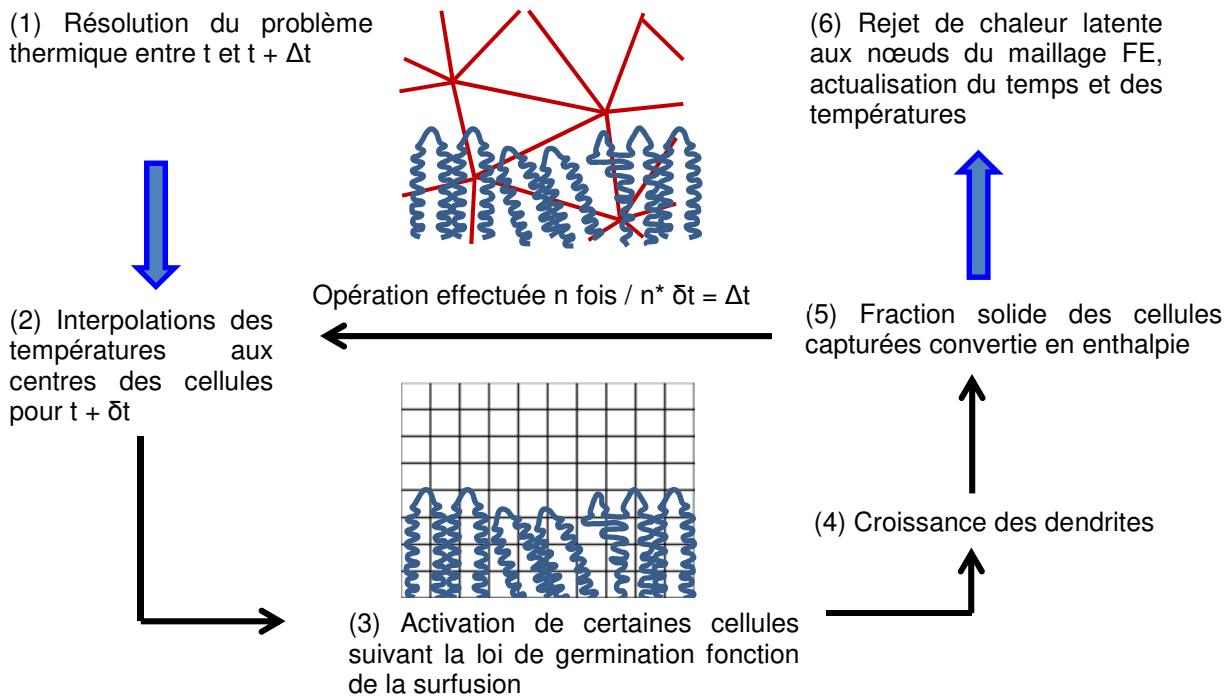


Figure 1-21 : Schéma explicatif des boucles de calcul du modèle CAFE

Le modèle a connu des améliorations notables à la fois pour réduire le temps de calcul avec le système d'allocation dynamique des blocs [1-81] et la méthode de l'octaèdre décentré [1-79] pour reproduire fidèlement les orientations des grains.

3.3. Lois de la solidification du modèle CAFE

Les lois de solidification prises en compte dans le modèles CAFE [1-78] sont les suivantes :

- Le solide croît dans le liquide suivant une direction cristalline préférentielle <100>
- Dans le cas d'une solidification épitaxiale, tous les grains présents à l'interface solide/liquide croissent
- La sélection de grains s'opère par blocage géométrique des grains « les moins bien » orientés par rapport à G
- La vitesse de croissance des structures de solidification est gouvernée par la surfusion. En fait, le modèle CAFE n'effectue pas directement les projections géométriques présentées aux équations (1-23) et (1-24). Elles sont reproduites « naturellement » par le fait que la croissance selon est imposée <100>. Les dendrites ajustent leur vitesse pour suivre l'isotherme en raison de la dépendance de la vitesse avec la surfusion.
- Les conditions de germination dépendent de la surfusion
- L'évolution de la fraction de solide pendant la solidification est donnée par le chemin de solidification

Ces hypothèses impliquent quelques limitations des approches CAFE. En l'état, CAFE n'est pas directement applicable pour des alliages qui ne se solidifient pas suivant <100>. Enfin, les grains dans CAFE interagissent avec un impact fort, c'est-à-dire qu'ils ne peuvent pas ralentir lorsque les champs de soluté se rencontrent. Ceci a quelques conséquences sur la sélection des grains, puisqu'il a été vu précédemment que l'interaction entre les champs de soluté des différentes familles de

dendrites peut conduire à l'élimination du grain aligné avec le gradient. Un tel phénomène n'est pas pris en compte dans les approches CAFE classiques [1-75].

3.4. CAFE et soudage

Il existe peu d'études dédiées aux calculs CAFE pour les procédés de soudage. Les travaux les plus avancés en la matière sont présentés dans la thèse de Shijia Chen [1-83] et les deux publications qui en sont issues [1-84], [1-85]. La Figure 1-22 présente quelques microstructures numériques de soudage prédites par le modèle CAFE dans le plan UW. Le métal de base est l'alliage URANUS 2202, qui est un acier austéno-ferritique (90% - 10% massique). La dépendance des microstructures en fonction des paramètres de soudage (vitesse de soudage W et puissance, c'est-à-dire le gradient thermique) est bien mise en évidence.

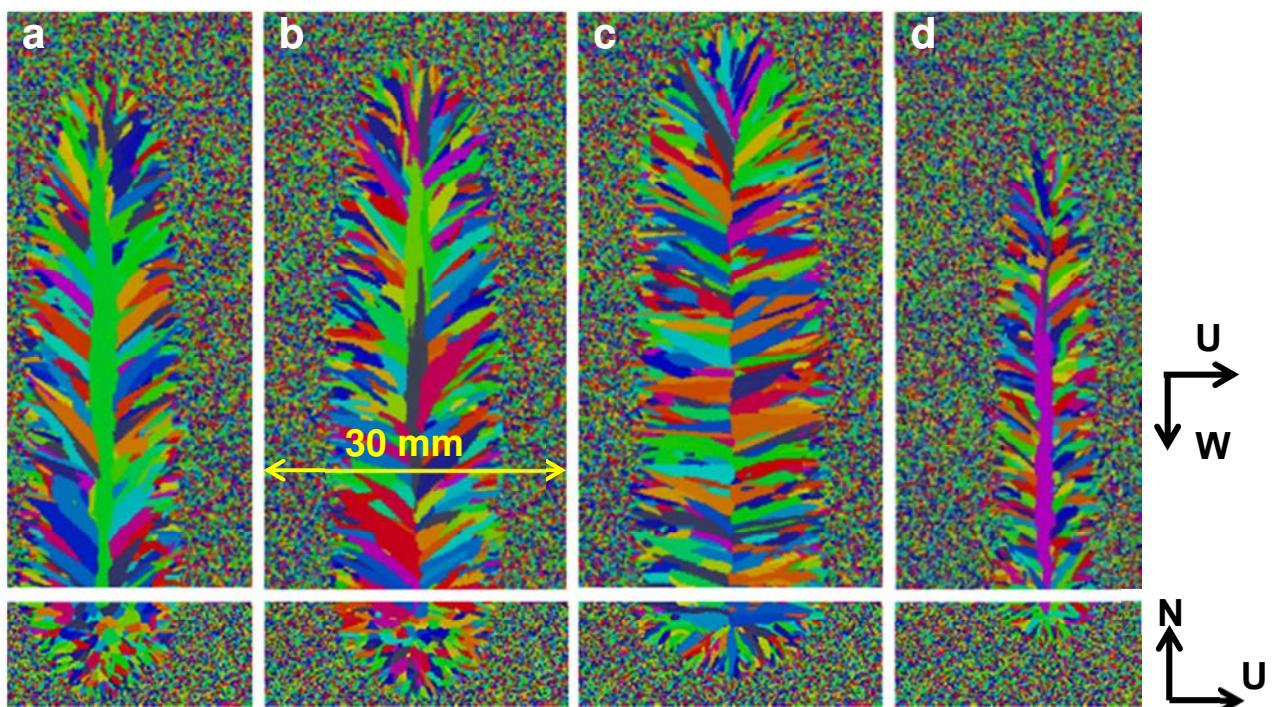


Figure 1-22 : Structure de grains prédictive par CAFE pour quatre simples passes de soudage TIG (a) $W = 1 \text{ mm/s}$, puissance de 5000W, (b) $W = 1,5 \text{ mm/s}$, puissance de 7500W, (c) $W = 5 \text{ mm/s}$, puissance de 15 000W, (d) $W = 1,5 \text{ mm/s}$, puissance de 5000 W [1-84]

Il faut noter que ces expériences numériques ne sont pas comparées avec une expérience « vraie » afin de vérifier les hypothèses du modèle. Ce dernier point figure dans les perspectives de Shijia Chen [1-83].

Des comparaisons entre microstructures vraies et numériques ont fait l'objet d'investigations dans des conditions de solidification dirigée [1-86]. Dans ces travaux, les résultats fournis par le modèle CAFE sont en très bon accord avec les évolutions microstructurales (texture et densité de grains) rencontrées dans l'expérience. Il convient de le vérifier pour le soudage.

Conclusions

La bibliographie a permis de mettre en évidence la complexité de la composition des métaux d'apport destiné au soudage des alliages base nickel. Chaque élément mineur joue un rôle important sur la qualité de la soudure même si leur teneur ne dépasse pas quelques millièmes de pourcent. Il a été montré que l'établissement des microstructures de solidification en soudage nécessite une connaissance accrue de la solidification des alliages mis en jeu, pour pouvoir, à terme, être capable de simuler de telle structures. Le code proposé actuellement (MINA) n'est pas assez performant pour garantir une parfaite interprétation des tests ultrasonores du fait de la simplicité du modèle de croissance utilisé. Il apparaît clairement que la sélection des grains induite par les lois de la solidification est responsable de l'anisotropie des structures soudées. Il convient donc de travailler avec un modèle contenant les lois de la solidification pour reproduire numériquement les caractéristiques des structures soudées. Le choix se porte donc vers le modèle CAFE (Cellular Automaton Finite Element). Deux problèmes doivent être abordés. Comment mettre en données le modèle CAFE et comment s'assurer que les soudures numériques ont les mêmes propriétés microstructurales que les soudures vraies ?

Le projet MUSICAS doit répondre à ces problématiques en apportant des éléments expérimentaux aux logiciels de simulation du soudage. Pour atteindre cet objectif, il est d'abord nécessaire de caractériser finement les phénomènes de solidification associés aux alliages considérés. Il convient donc d'étudier la solidification de l'alliage dans les conditions du procédé. Ce travail permettra d'alimenter le modèle de simulation des structures. Dans un second temps, la caractérisation des soudures sera l'objet de l'étude. Ces caractérisations devront mettre en lumière la sélection de grains pendant le soudage. Il faudra être capable de suivre l'évolution des paramètres qui perturbent la propagation des ondes ultrasonores, c'est-à-dire le nombre de grains et la texture de la soudure. Pour finir, les expériences caractérisées sont modélisées à l'aide de l'outil CAFE_WELD. Les structures numériques sont comparées aux structures observées dans l'expérience pour valider et/ou améliorer les prédictions numériques.

Liste des figures du chapitre 1

Figure 1-1 : Observation MEB en électrons rétrodiffusés d'un nitrule de titane dans l'alliage A690 [1-16].....	6
Figure 1-2 : Schéma du procédé de soudage TIG [1-36].....	9
Figure 1-3 : Schéma d'un assemblage soudé par une simple passe.....	11
Figure 1-4 : Observation métallographique d'un assemblage soudé (procédé TIG) d'un inconel 690 avec métal d'apport (FM52) réalisé au microscope optique [1-15].....	11
Figure 1-5 : Chanfreins pour tôle épaisse [1-35]	11
Figure 1-6 : Schéma de la structure d'un joint soudé par du soudage multi-passes [1-35] et soudure multi-passes à l'électrode enrobée en configuration rectiligne sur un acier inoxydable [1-43]	12
Figure 1-7 : Principe du contrôle par ultrason [1-44]	13
Figure 1-8 : Structures observées en soudage TIG d'alliage d'aluminium $W = 4,2 \text{ mm/s}$ (a), $W = 16,7 \text{ mm/s}$ (b), pour un aluminium 6061 avec $W = 12,7 \text{ mm/s}$ (c), alliage d'aluminium 1100 présentant des grains axiaux à $3,6 \text{ mm/s}$ [1-46].....	14
Figure 1-9 : Différences entre les orientations des enveloppes des grains mesurées sur micrographie et modélisation illustrées par des lignes de niveaux $0 - 10^\circ - 20^\circ - 30^\circ$ [1-43]	15
Figure 1-10: Schéma d'une interface plane	16
Figure 1-11 : Diagramme de phase binaire présentant la redistribution en soluté en fraction massique [1-50].....	16
Figure 1-12 : Représentation schématique des profils de concentration rencontrés lors d'une solidification sans diffusion du soluté dans le solide.....	18
Figure 1-13 : Morphologie de croissance cellulaire [1-65] (a), Schéma d'une structure cellulaire (b), Morphologie de croissance dendritique [1-65] (c) et Schéma d'une dendrite (d)	23
Figure 1-14 : Schéma de la structure type d'une transition colonnaire équiaxe	24
Figure 1-15 : Représentation schématique de la microstructure en soudage [1-28].....	25
Figure 1-16 : Observation d'une soudure multi-passes 304LvsFM52 (a) vue macroscopique et (b) vue microscopique [1-11]	25
Figure 1-17 : Maille cubique et famille de directions $\langle 100 \rangle$	27
Figure 1-18 : Croissance épitaxiale et sélection des grains lors de la solidification en soudage.....	27
Figure 1-19 : Mécanisme de sélection des grains	28
Figure 1-20 : Illustration schématique des mécanismes de compétition croissance [1-72]	29
Figure 1-21 : Schéma explicatif des boucles de calcul du modèle CAFE	31
Figure 1-22 : Structure de grains prédicta par CAFE pour quatre simples passes de soudage TIG (a) $W = 1 \text{ mm/s}$, puissance de 5000W , (b) $W = 1,5 \text{ mm/s}$, puissance de 7500W , (c) $W = 5\text{mm/s}$, puissance de $15\ 000\text{W}$, (d) $W = 1,5 \text{ mm/s}$, puissance de 5000 W [1-84].....	32

Liste des tableaux du chapitre 1

Tableau 1-1: Compositions commerciales en pourcentages massiques de l'inconel A690 [1-1], A600 [1-2], 316L [1-3], FM52 [1-4], FM52M [1-5], FM52 MSS [1-6] et FM82 [1-7].....	4
Tableau 1-2 : Phases observées dans les alliages utilisés dans l'étude [1-8].....	5
Tableau 1-3 : Synthèse sur le rôle des différents éléments d'alliage présents dans les alliages de nickel à forte teneur en chrome.....	8
Tableau 1-4 : Emplois des gaz en soudage TIG [1-35].....	10

Bibliographie du chapitre 1

- [1-1] Inconel 690, Special Metals, www.specialmetals.com, consulté le 06/12/2013
- [1-2] Inconel 600, Special Metals, www.specialmetals.com, consulté le 06/12/2013
- [1-3] Ak Steel, Product data sheet, 316/316L stainless steel, UNS S31600 and UNS S31603
- [1-4] INCONEL Filler Metal 52, Special Metals, www.specialmetalswelding.com, consulté le 06/12/2013
- [1-5] INCONEL Filler Metal 52M, Special Metals, www.specialmetalswelding.com, consulté le 06/12/2013
- [1-6] INCONEL Filler Metal 52MSS, Special Metals, www.specialmetalswelding.com, consulté le 06/12/2013
- [1-7] INCONEL Filler Metal 82, Special Metals, www.specialmetalswelding.com, consulté le 06/12/2013
- [1-8] ASM HANDBOOK, Volume 2, Properties and Selection of Nonferrous alloys and Special purpose Materials, ASM international, 1992, 1362-1404
- [1-9] J.R Crum, S.M Gosnay, S.D Kiser and R. Zhang, Corrosion acceptance testing of weld metals for nuclear service, Materials Selection and Design, NACE International, Vol 50, No 12, 2011, 70-75
- [1-10] M. Casales, V.M Salinas-Bravo, A. Martinez-Villafane, J.G Gonzalez-Rodriguez, Effect of heat treatment on the stress corrosion cracking of alloy 690, Materials Science and Engineering, A332, 2002, 223-230
- [1-11] Wenlin Mo, Shaping Lu, Dianzhong Li, Yiyi Li, Effects of filler metal composition on the microstructure and mechanical properties for ERNiCrFe-7multi-pass weldments, Materials Science and Engineering A 582, 2013, 326–337
- [1-12] G.A Young, T.E Capobianco, M.A Penik, B.W Morris, J.J McGee, The mechanism of Ductility Dip cracking in Nickel-Chromium Alloys, Welding Journal, Vol 87, February 2008, 31s – 43s
- [1-13] J.J. Kai, M.N. Liu, The effects of heat treatment on the carbide evolution and the chromium depletion along grain boundary of Inconel 690 alloy, Scripta Metallurgica, Vol 23, No 1, 1989, 17-22
- [1-14] Sheng-Long Jeng, Yun-Han Chang, Microstructure and flow behaviour of Ni-Cr-Fe welds with Nb and Mo additions, Materials Science and Engineering A 560, 2013, 343-350
- [1-15] Tsung-Yuan Kuo, Hwa-Teng Lee, Effects of filler metal composition on joining properties of alloy 690 weldments, Materials Science and Engineering A338, 2002, 202-212
- [1-16] Fanjiang Meng, Jianqiu Wang, En-Hou Han, Wei Ke, The role of TiN inclusions in stress corrosion crack initiation for alloy 690TT in high-temperature and high-pressure water, Corrosion Science 52, 2010, 927-932
- [1-17] Rong Jiang, Bo Chen, Xianchao Hao, Yingche Ma, Shuo Li, Kui Liu, Micro-segregation and Precipitation of Alloy 690 during Isothermal Solidification : the role of Nitrogen Content, Journal of Material Science Technology, 28 (5), 2012, 446-452
- [1-18] Pierre Soulignac, Bernard Bonnefois, Etienne Soutif, Chaudronnerie en aciers inoxydables, Techniques de l'ingénieur, référence bm 6570, 10 juillet 2007

- [1-19] Wenlin Mo, Shanping Lu, Dianzhong Li, Yiyi Li, Effects of filler metal composition on inclusions and defects for ER NiCrFe-7 weldments, Journal of Materials Science Technology, 2013, 29 (5), 458-466
- [1-20] H.T. Lee, S.L. Jeng , C.H. Yen, T.Y. Kuo, Dissimilar welding of nickel-based Alloy 690 to SUS 304L with Ti addition, Journal of Nuclear Materials 335, 2004, 59–69
- [1-21] M.G. Collins, J.C. Lippold, An investigation of ductility Dip Cracking in Nickel-Based Filler Materials – Part 1, Welding Journal 82 (10), October 2003, 288 – 295
- [1-22] M.G. Collins, A.J. Ramirez, J.C. Lippold, An investigation of ductility Dip Cracking in Nickel-Based Filler Materials – Part 3, Welding Journal 83 (2), February 2004, 39 – 49
- [1-23] M. Lachowicz, W. Dudzinski, K. Haimann, M. Podrez-Radziszewska, Microstructure transformations and cracking in the matrix of γ - γ' superalloy Inconel 713C melted with electron beam, Materials Science and Engineering A 479 , 2008, 269–276
- [1-24] O.A Ojo, M.C Chatuverdi, Liquation Microfissuring in the Weld Heat-Affected Zone of an Overaged Precipitation-Hardened Nickel-Base Superalloy, Metallurgical and Materials Transactions A, volume 38 A, February 2007, 356 – 369
- [1-25] W. Wu, C.H Tsai, Hot Cracking Susceptibility of Fillers 52 and 82 in Alloy 690 Welding, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 30 A, February 1999, 417 – 426
- [1-26] S.L. Jeng, H.T. Lee, W.P. Rehbach, T.Y. Kuo, T.E. Weirich, J.P. Mayer, Effects of Nb on the microstructure and corrosive property in the Alloy 690-SUS 304L weldment, Materials Science and Engineering A 397, 2005, 229–238
- [1-27] A.J Ramirez, J. W. Sowards, J.C Lippold, Improving the ductility-dip cracking resistance of Ni-base alloys, Journal of Materials Processing Technology 179, 2006, 212 – 218
- [1-28] Sophie De Vito, Influence de la composition chimique et des conditions de refroidissement sur la fissuration à chaud d'alliages bases nickel, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, 2000
- [1-29] Sheng-Long Jeng, Hwa-Ten Lee, Jiunn-Yuan Huang, Roang-Ching Kuo, Effects of Nb on the Microstructure and Elevated Temperature Mechanical Properties of Alloy 690-SUS 304L Dissimilar Welds, Materials Transactions, Vol 49, No 6, 2008, 1270-1277
- [1-30] J.A. Brooks, Weldability of high N, High Mn Austenitic Stainless Steel, Welding Research Supplement, 1975, Pages 189s – 195s
- [1-31] K.Saida, Y.Nomoto, H. Okauchi, H. Ogiwara, K. Nishimoto, Influences of phosphorus and sulphur on ductility deep cracking susceptibility in multipass weld metal of alloy 690, Science and Technology of Welding and Joining, vol 17, no 1, 2012
- [1-32] K.Saida, A. Taniguchi, M. Sakamoto, K. Nishimoto, Effect of Ce Addition to Filler Metal on Microcracking Susceptibility of Alloy 690 Multipass Weld Metal, Quarterly Journal of the Japan Welding Society, Volume 27, Issue 2, 2009, Pages 144s-148s
- [1-33] A.J Ramirez, J.C Lippold, High temperature behaviour of Ni-base weld metal Part II – Insight into the mechanism for ductility deep cracking, Materials Science and Engineering A 380, 2004, 245 – 258
- [1-34] Q.Z Chen, C.N Jones, D.M Knowles, Effect of alloying chemistry on MC carbide morphology in modified RR2072 and RR2086 SX superalloys, Scripta Materialia 47, 2002, 669 - 675
- [1-35] Roland Cazes, Soudage à l'arc, Technique de l'ingénieur, référence b7730, août 1995
- [1-36] H.T Lee, J.L Wu, The effect of peak temperature and cooling rate on the susceptibility to intergranular corrosion of alloy 690 by laser beam and gas tungsten arc welding, Corrosion Science 51, 2009, 439 – 445
- [1-37] Roland Cazes, Soudage à l'arc Soudage à l'électrode réfractaire (TIG), Techniques de l'ingénieur, référence b616p4, publié le 10/08/1980
- [1-38] Mahsa Seyyedian Choobi, Mohammad Haghpanahi, Mohammad Sedighi, Effect of welding sequence and direction on angular distortions in butt-welded plates, The Journal of Strain Analysis for Engineering Design 47 (I), 2012, 46-54

- [1-39] Bertrand Chassignole, Influence de la structure métallurgique des soudures en acier inoxydable austénitique sur le contrôle non destructif par ultrasons, thèse de l’Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, numéro d’ordre 00 ISAL 0107, 2000
- [1-40] J.K. Hong, J.H. Park, N.K. Park, I.S. Eom, M.B. Kim, C.Y. Kang, Microstructures and mechanical properties of Inconel 718 welds by CO₂ laser welding, *Journal of Materials Processing Technology*, 201, 2008, 515–520
- [1-41] J.A. Dantzig, M. Rappaz, Solidification, Engineering Sciences, Materials, EPFL press, 2009
- [1-42] René Rhorer, Soudage, Technique de l’ingénieur, référence A780, publié le 10/11/1981
- [1-43] J.Moysan, A. Apfel, G. Corneloup, B. Chassignole, Modelling the grain orientation of austenitic stainless steel multipass welds to improve ultrasonic assessment of structural integrity, *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 80, 2003, 77 – 85
- [1-44] Mohammed Cherfaoui, Essais non destructifs, Technique de l’ingénieur, référence bm 6450, publié le 10/07/2006
- [1-45] B. Chassignole, O. Dupond, L. Doudet, V. Duwig, N. Etchegaray, Ultrasonic examination of an austenitic weld : illustration of the disturbances of the ultrasonic beam, *AIP Conference Proceedings* 1096, 1886 (2009); doi : 10.1063/1.3114189
- [1-46] Sindo Kou, Welding Metallurgy, Second Edition, a John Wiley & Sons, INC. PUBLICATION, 2003
- [1-47] A.Apfel, J. Moysan, G. Corneloup, T. Fouquet, B. Chassignole, Coupling an ultrasonic propagation code with a model of the heterogeneity of multipass weld to simulate ultrasonic testing, *Ultrasonic* 43, 2005, 447 – 456
- [1-48] Jing Ye, Joseph Moysan, Sung-Jin Song, Hak-Joon Kim, Bertrand Chassignole, Cécile Gueudré, Olivier Dupond, Influence of welding passes on grain orientation – The example of a multi-pass V-weld, *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 93-94, 2012, 17 – 21
- [1-49] C. Rose, F. Rupin, T. Touquet, B. Chassignole, ATHENA 3D : A finite element code for ultrasonic wave propagation, IOP Publishing, *Journal of Physics : Conference Series* Volume 498, Issue 1, 2014, Article number 012009
- [1-50] W.Kurz, D.J Fisher, Fundamentals of solidification, third edition, Trans Tech Publication, 1992, 63-130
- [1-51] W.J. Boettinger, A.A. Wheeler, B.T. Murray, G.B. McFadden, Prediction of solute trapping at high solidification rates using a diffuse interface phase-field theory of alloy solidification, *Materials Science and Engineering*, A178, 1994, 217 – 223
- [1-52] Michael J. Aziz, Dissipation-theory treatment of the transition from diffusion-controlled to diffusionless solidification, *Applied Physics Letters* 43 (6), September 1983, 552 – 554
- [1-53] W.J. Boettinger, S.R. Coriell, R.F. Sekerka, Mechanisms of Microsegregation-free Solidification, *Materials Science and Engineering* 65, 1984, 27 – 36
- [1-54] M.J. Aziz, W.J. Boettinger, On the transition from short range diffusion limited to collision-limited growth in alloy solidification, *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 42, No. 2, 1993, 527 – 537
- [1-55] W.Kurz, P. Gilgien, Selection of microstructures in rapid solidification processing, *Materials Science and Engineering* A178, 1994, 171 – 178
- [1-56] T.W. Clyne, W.Kurz, Solute redistribution during solidification with rapid solid state diffusion, *Metallurgical transactions. A, Physical metallurgy and materials science*, 12 A (6), 1981, 965 – 971
- [1-57] S. Kobayashi, Mathematical analysis of solute redistribution during solidification based in a columnar dendrite model, *Transactions of ISIJ international*, Volume 28, 1988, 728 – 735
- [1-58] C.Y. Wang, C. Beckermann, A unified solute diffusion model for columnar and equiaxed dendritic solidification, *Material Science and Engineering* A171, 1993, 199 – 211
- [1-59] X. Tong, C. Beckermann, A diffusion boundary layer model of microsegregation, *Journal of Crystal Growth* 187, 1998, 289 – 302
- [1-60] G. Lesoult, Solidification, Cristallisation et microstructures, Techniques de l’ingénieur, référence m58, publié le 10/10/1986

- [1-61] M.H. Burden, J.D. Hunt, Cellular and dendritic growth.II, *Journal of Crystal Growth* 22, 1974, 109 – 116
- [1-62] W.Kurz, B. Giovanola, R. Trivedi, Theory of microstructural development during rapid solidification, *Acta Metallurgica*, Vol 34, No.5, 23 August 1985, 823 – 830
- [1-63] W.W. Mullins, R.F. Sekerka, Stability of a Planar Interface During Solidification of a Dilute Binary Alloy, *Journal of Applied Physics*, Volume 35, Number 2, 1964, 444 – 451
- [1-64] J.S. Langer, H. Müller-Krumbhaar, Theory of dendritic growth –I. Elements of a stability analysis, *Acta Metallurgica*, Vol. 26, Issue 11, 1978, 1681 - 1687
- [1-65] R.Trivedi, Yunsue Shen, Shan Liu, Cellular-to-Dendritic Transition during the Directional Solidification of Binary Alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 34A, February 2003, 395 – 401
- [1-66] J.D. Hunt, Steady State Columnar and Equiaxed Growth of Dendrites and Eutectic, *Materials Science and Engineering* 65, 1984, 75 – 83
- [1-67] T.E. Queshed, A.L. Greer, Grain refinement of Al alloys: Mechanisms determining as-cast grain size directional solidification, *Acta Materialia* 53, 2005, 4643 – 4653
- [1-68] B. Chalmers, The Structure of Ingots, *Journal of the Australian Institute of Metals*, Vol. 8, 1963, 255-263
- [1-69] J.A. Spittle, Columnar to equiaxed grain transition in as solidified alloys, *International Materials Reviews*, Volume 51, Issue 4, 2006, 247 – 269
- [1-70] M. Rappaz, S.A. David, J.M. Vitek, L.A Boatner, Development of microstructures in Fe-15Ni-15Cr single crystal electron beam welding, *Metallurgical transactions A* 20A, 1989, 1115-1138
- [1-71] S. Henry, T. Minghetti, M. Rappaz, Dendrite growth morphologies in aluminium alloys, *Acta Metallurgica*, Volume 46, Number 18, 1998, 6431 – 6443
- [1-72] Y.Z. Zhou, A. Volek, N.R. Green, Mechanism of competitive grain growth in directional solidification of a nickel-base superalloy, *Acta Materialia* 56, 2008, 2631 – 2637
- [1-73] Weiping Liu, J.N DuPont, Effects of melts-pool geometry on crystal growth and microstructure development in laser surface-melted superalloy single crystals. Mathematical modeling of single-crystal growth in a melt pool (part I), *Acta Materialia* 52, 2004, 4833-4847
- [1-74] Weiping Liu, J.N DuPont, Effects of melts-pool geometry on crystal growth and microstructure development in laser surface-melted superalloy single crystals. Mathematical modeling of single-crystal growth in a melt pool (part II), *Acta Materialia* 53, 2005, 1545-1558
- [1-75] M. Rappaz, Modeling and characterization of grain structures and defects in solidification, *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 20, 2016, 37 – 45
- [1-76] A. Viardin, M. Založník, Y. Souhar, M. Apfel, H. Combeau, Mesoscopic modeling of spacing and grain selection in columnar dendritic solidification: Envelope versus phase field model, *Acta Materialia* 122, 2017, 386 – 399
- [1-77] M. Rappaz, Ch.-A. Gandin, Probabilistic modelling of microstructure formation in solidification processes, *Acta Metallurgica & Materialia* 41, 1993, 345 – 360
- [1-78] Ch.-A. Gandin, M. Rappaz, A coupled finite element-cellular automaton model for the prediction of dendritic grain structures in solidification processes, *Acta Metallurgica & Materialia* 42, 1994, 2233 – 2246
- [1-79] Ch.-A. Gandin, M. Rappaz, A 3D cellular automaton algorithm for the prediction of dendritic grain growth, *Acta Metallurgica* 45, 1997, 2187 – 2195
- [1-80] H. Takatani, Ch.-A. Gandin, M. Rappaz, EBSD characterisation and modelling of columnar dendritic grains growing in the presence of fluid flow, *Acta Materialia* 48, 2000, 675 – 688
- [1-81] Ch.-A. Gandin, J.-L. Desbiolles, M. Rappaz, Ph. Thevoz, A Three-Dimentional Cellular Automaton – Finite Element Model for the Prediction Of Solidification Grain Structures, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 30A, 1999, 3153 – 3165
- [1-82] M. Rappaz, Ch.-A. Gandin, J.-L. Desbiolles, Ph. Thevoz, Prediction of Grain Structures in Various Solidification Processes, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 27A, 1996, 695 – 705

[1-83] Shijia Chen, Three dimensional Cellular Automaton – Finite Element (CAFE) modeling for the grain structures development in Gas Tungsten / Metal Arc Welding processes, PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014, <NMT : 2014EMNP0010>.<pastel-01038028>

[1-84] S. Chen, G. Guillemot, Ch.-A. Gandin, 3D Coupled Cellular Automaton (CA) – Finite Element (FE) Modeling for solidification Grain Structures in Gas Tungsten Arc Welding (GTAW), ISIJ International, Volume 54, Number 2, 2014, 401 – 407

[1-85] S. Chen, G. Guillemot, Ch.-A. Gandin, Three-dimensional cellular automaton – finite element modeling of solidification grain structures for arc-welding processes, Acta Materialia 115, 2016, 448 – 467

[1-86] Ch.-A. Gandin, M. Rappaz, D.West, B.L. Adams, Grain Texture Evolution during the Columnar Growth of Dendritic Alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 26A, 1995, 1543 - 1551

Chapitre 2 : Techniques expérimentales et numériques

Ce second chapitre décrit les différentes techniques d'élaboration et les moyens de caractérisation mis en œuvre afin de mener cette étude. Enfin, les procédures d'utilisation des différents outils numériques utilisés lors de ce travail sont présentées. Une attention particulière sera portée sur le modèle CAFE_WELD.

I. Matériaux et techniques d'élaboration

1. Trempe en cours de solidification dirigée (TSD)

1.1. Description du dispositif

La Trempe en cours de Solidification Dirigée permet d'obtenir un cliché des évolutions chimiques et microstructurales en cours de solidification. Ceci permet d'étudier l'influence des paramètres opératoires (gradient thermique et vitesse de croissance) sur l'établissement des structures de solidification, à savoir la morphologie de croissance, les dimensions caractéristiques des structures et la microségrégation. Le dispositif expérimental de type Bridgman utilisé pour la TSD est schématisé sur la Figure 2-1.

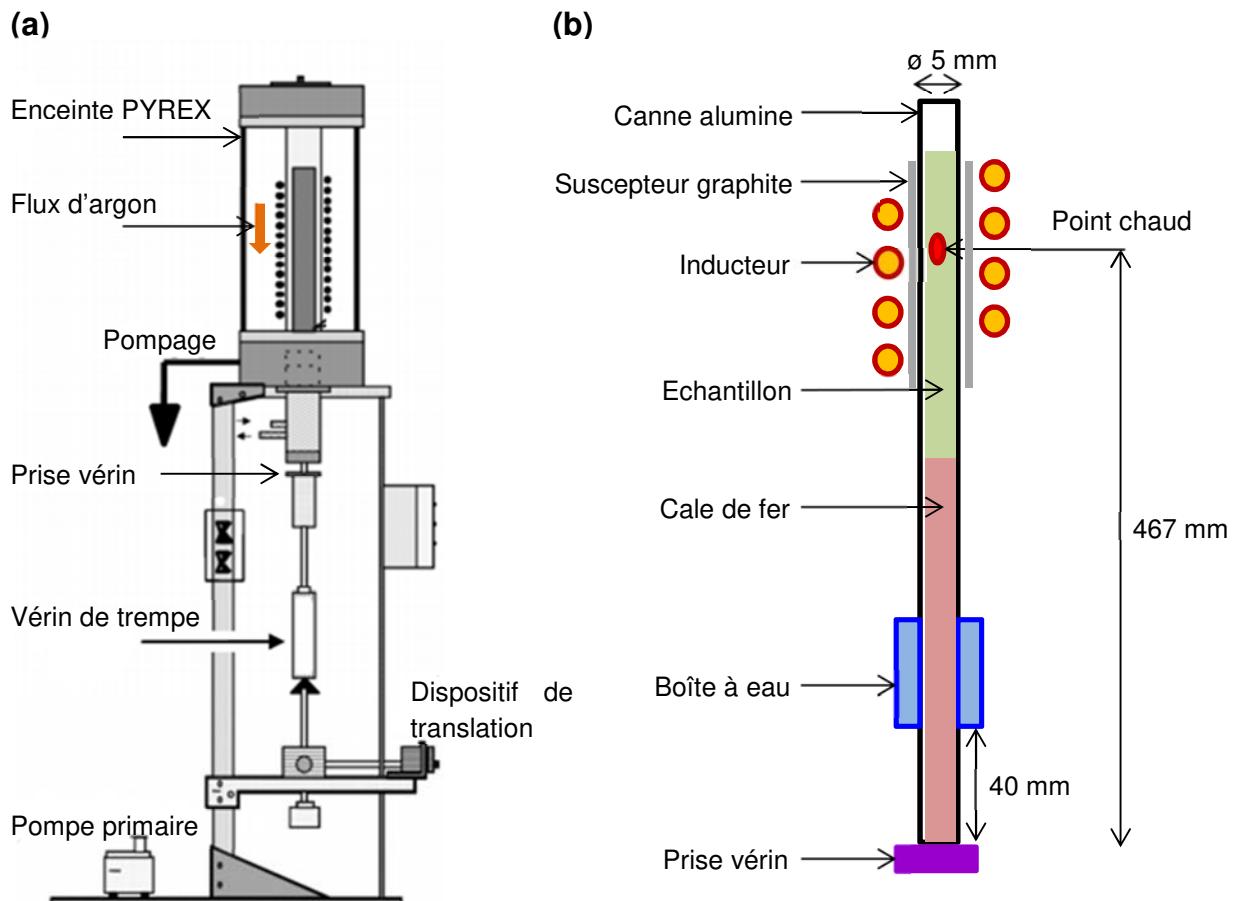


Figure 2-1 : Schéma explicatif du dispositif de TSD, Schéma de l'ensemble de la machine (a), Partie supérieure de la machine de TSD (b)

La machine de TSD est constituée de plusieurs éléments représentés sur la Figure 2-1 a. L'échantillon est placé dans une canne en alumine de 5mm de diamètre intérieur et de longueur 50 cm faisant office de creuset. L'échantillon est placé à l'intérieur de cette dernière et introduit dans la

machine. L'élément chauffant est composé d'un inducteur alimenté par un générateur haute fréquence d'une puissance maximale de 25 kW et disposé autour d'un suscepiteur en graphite. Le suscepiteur est chauffé par l'inducteur, qui, par conduction, chauffe l'échantillon. L'emploi du suscepiteur permet d'isoler l'échantillon du rayonnement électromagnétique généré par l'inducteur, évitant ainsi la convection dans le liquide (Figure 2-1).

Le principe de fonctionnement de la TSD est assez simple. Un gradient thermique connu s'établit entre la zone froide représentée par la boîte à eau (l'eau circule en continu durant toute la durée de l'expérience) et le point chaud. Ce gradient dépend du nombre de spires de l'inducteur, du type de boîte à eau utilisée et de la surchauffe imposée par le générateur vis-à-vis de l'alliage étudié. Pour chaque configuration, le gradient est connu en fonction de la surchauffe. À une certaine altitude Z , l'échantillon commence à fondre. Une fois que la thermique a atteint son régime stationnaire, la solidification dirigée commence. Le dispositif de translation permet de tirer l'échantillon à une vitesse donnée, c'est ainsi que la vitesse de croissance lors de la solidification est imposée. La Figure 2-2 présente de manière schématique l'évolution des structures de solidification pendant la TSD.

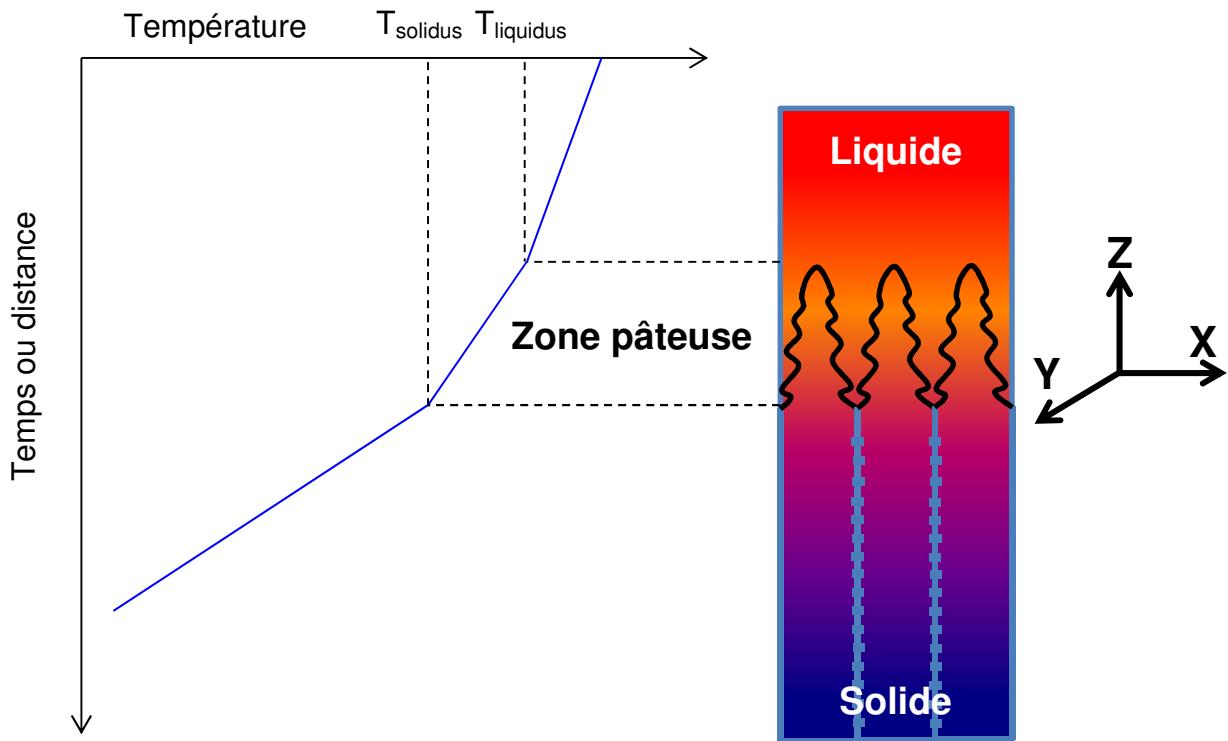


Figure 2-2 : Représentation schématique de la solidification dirigée pendant l'expérience de TSD [2-1]

Une fois que l'échantillon s'est solidifié de façon directionnelle sur une certaine distance, il y a la possibilité de figer la zone pâteuse (Figure 2-2) en amenant rapidement l'échantillon dans la zone froide (dans la boîte à eau) par l'intermédiaire du vérin pneumatique relié à l'échantillon (Figure 2-1). Les vitesses de refroidissement obtenues dans la boîte à eau ouverte utilisée pour les expériences sont de l'ordre de 100°C/s.

Lors des essais de TSD, la position de l'échantillon doit être connue avec précision de manière à anticiper la position du début de fusion et de la zone pâteuse figée après la trempe. La position du point chaud est connue par rapport au bas de la canne lorsque celle-ci est situé à 40 mm du bas de la boîte à eau. En conséquence, la cale de fer utilisée doit être adaptée à la dimension de l'échantillon

Dans nos expériences, la cale mesure 398 mm et tous les échantillons introduits mesurent 160mm. Le contrôle de l'état stationnaire de la thermique lors de l'expérience est assurée par un thermocouple situé à 50 mm sous le point chaud et d'un thermocouple placé au niveau du point chaud. Ces deux thermocouples sont de type S (Pt-Rh_{10%}/Pt) et placés dans le suscepteur. Une fois la température du point chaud établie, une heure d'attente est nécessaire pour que le régime permanent de la thermique soit établi dans l'échantillon. Avant la réalisation de l'expérience, le vide est réalisé à l'intérieur du four. Une fois à 200 degrés, le pompage est stoppé et le four évolue sous flux d'argon pour le reste de l'expérience. La régulation de température est assurée par un logiciel développé au laboratoire.

1.2. Exploitation des résultats

Les échantillons de TSD sont observés et caractérisés selon les deux plans de coupe ZX et XY (Figure 2-2).

- Les coupes longitudinales ZX permettent de suivre l'évolution de la solidification dans le gradient thermique entre la fin de solidification et la pointe de la dendrite. Les espacements secondaires sont mesurés sur ce type de coupe. Les dendrites croissent dans la direction opposée au gradient thermique G. Les pointes sont situées à l'interface liquide trempé/dendrites (Figure 2-3a).
- Les coupes transverses montrent l'état de la microstructure à une température donnée. L'étude de plusieurs de ces coupes sur le même échantillon donne accès à l'évolution morphologique de la zone pâteuse. L'espacement primaire est mesuré sur ces coupes. La dernière exploitation est l'étude de la microscégénration pendant la solidification. En réalisant des coupes transverses dans la zone pâteuse, on observe l'état de la microstructure pour une certaine température, ce qui permet d'étudier la dépendance des coefficients de partage avec la température (Figure 2-3b).

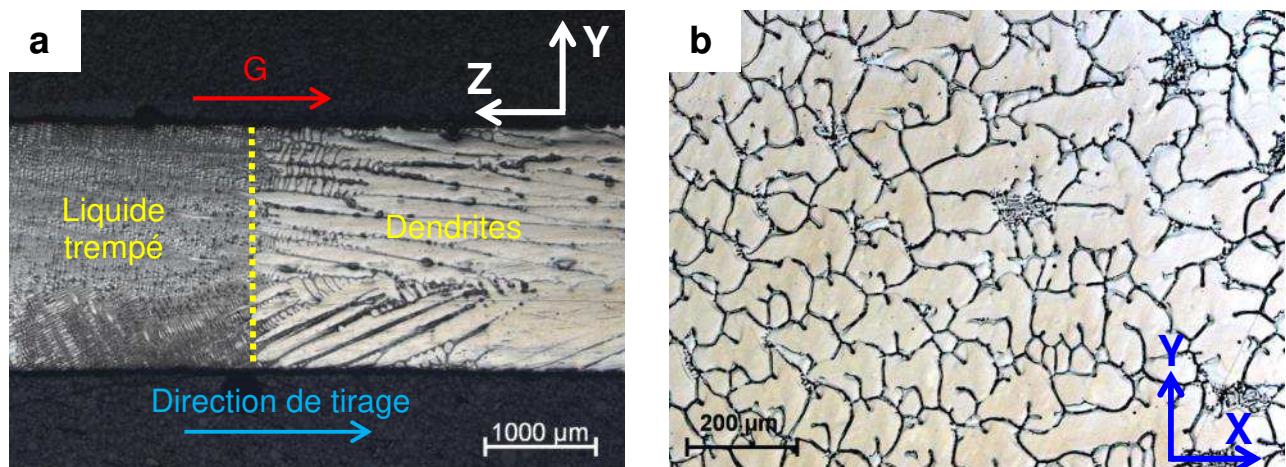


Figure 2-3 : Coupe longitudinale, plan ZY (a) et coupe transverse dans la zone pâteuse, plan XY (b) réalisées sur un barreau de TSD

2. Creuset froid

Les expériences de TSD ont été réalisées avec le métal d'apport FM52. À l'origine, la matière se présente sous la forme d'une bobine de fil laminé de 1,1 mm de diamètre pesant 13 kg (Figure 2-4).



Figure 2-4 : Bobine de FM52 fournie par AREVA

Ce fil ne peut être directement introduit dans la TSD pour effectuer les expériences. Il faut donc passer par une étape d'élaboration pour obtenir des échantillons cylindriques de 5 mm de diamètre permettant d'effectuer les expériences de solidification dirigée. Ces échantillons sont élaborés en creuset froid.

Le creuset froid (ou sole froide) est un creuset en cuivre refroidi en continu par de l'eau. Le métal liquide est en lévitation et il y a peu de contacts entre le creuset et le liquide. Comme le montre la Figure 2-5, le creuset est contenu dans une enceinte en quartz autour de laquelle est enroulé l'inducteur hélicoïdal. Une extrémité de l'enceinte est reliée à un circuit de pompage primaire, l'autre est reliée à une arrivée d'argon.

La charge est placée dans le creuset. Dans le cas du FM52, la charge maximale est de 50g. Ensuite, le vide est réalisé dans l'enceinte (les deux vannes sont ouvertes, Figure 2-5). Une fois le vide effectué, les deux vannes sont refermées. L'enceinte est alors remplie avec l'argon. Une fois qu'un flux d'argon est installé dans la chambre, la fusion peut être déclenchée à l'aide du potentiomètre. Contrairement à la TSD, la régulation de puissance est manuelle.

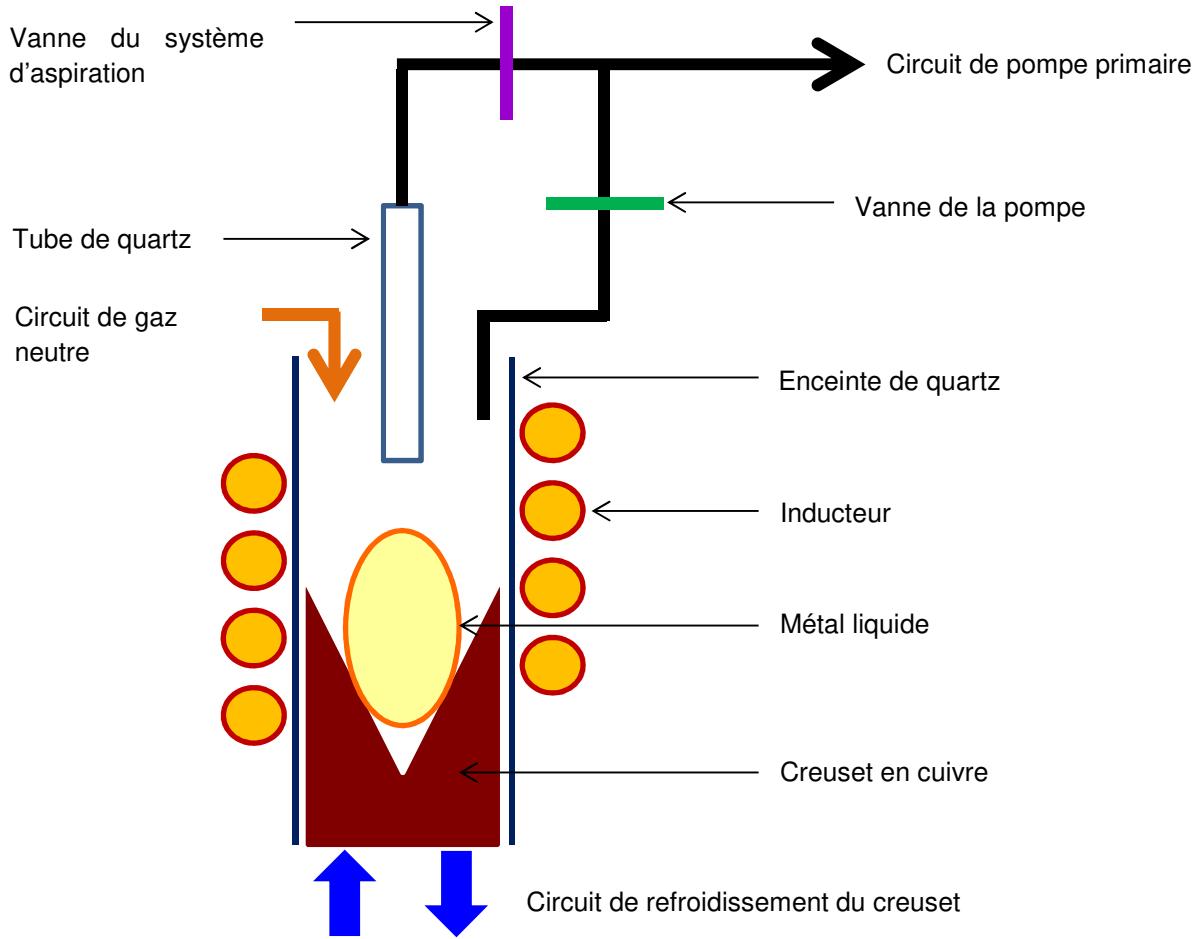


Figure 2-5 : Schéma de principe de l'élaboration d'échantillon de TSD par creuset froid

Dès que le lingot est liquide, un tube de quartz de diamètre 5mm relié à un système d'aspiration est introduit dans la goutte de liquide (Figure 2-5). Lorsque le tube immergé dans la goutte, le liquide est aspiré dans le tube en ouvrant la vanne du système d'aspiration. Une fois le liquide absorbé, il faut procéder rapidement au retrait du tube et couper l'alimentation pour éviter toute contamination du reste du lingot par les débris du tube de quartz. Celui-ci éclate du fait des contraintes thermiques qu'il subit.

Il est à noter que, dans nos conditions, la répétition des cycles de fusion n'altère pas la composition chimique de l'alliage FM52.

3. Soudage TIG

Ces expériences ont été réalisées par le centre technique d'AREVA de Saint-Marcel.

3.1. Paramètres de soudage

Les différents paramètres de soudage sont donnés dans le Tableau 2-1 : vitesse de soudage, puissance moyenne, vitesse d'alimentation en métal d'apport, nature et débit du gaz plasmagène et rendement du procédé.

Sauf mention du contraire, toutes les expériences de soudage sont réalisées avec ces paramètres. Dans tous les cas, l'alliage FM52 est le métal d'apport.

Tableau 2-1 : Paramètres de soudage

Paramètre	Valeur
Vitesse de soudage	10 cm/min
Puissance moyenne	1500 W
Vitesse d'alimentation en métal d'apport FM52	125 cm/min
Diamètre fil	1,1 mm
Nature du gaz plasmagène	Argon 100%
Flux de gaz	20 l/min
Rendement du procédé	0,8

3.2. Configurations de soudage

Au cours de ce travail, deux configurations de soudage ont été testées.

3.2.1. Plaques

La première configuration est une refusion sur substrat plat avec métal d'apport. Le Tableau 2-2 récapitule les trois refusions employées. Ces essais sont appelés lignes de soudage dans la suite.

Tableau 2-2 : Caractéristiques des lignes de soudage

Nom de l'essai	Métal de base	Longueur du cordon	Epaisseur de la plaque	Largeur de la plaque	Position du cordon par rapport au bord de la plaque
3307	316L	15 cm	8,5 mm	50 mm	12 mm
3309	A600	15 cm	8,5 mm	50 mm	12 mm
3310	A600	15 cm	8,5 mm	50 mm	12 mm

Pour la ligne 3310, le flux de gaz est composé de 5% d'hydrogène et de 95% d'argon. Cette ligne a d'ailleurs été réalisée sur la même plaque que la ligne 3309.

3.2.2. Maquette étagée

La maquette étagée est réalisée dans les mêmes conditions de soudage que précédemment (Tableau 2-1). Le Tableau 2-3 donne les longueurs des 5 cordons de la maquette étagée. La géométrie du chanfrein est décrite en Figure 2-6a et l'enchaînement des passes est décrit en Figure 2-6b. Ici, les passes sont superposées les unes sur les autres sans décalage horizontal et ont le même point de départ.

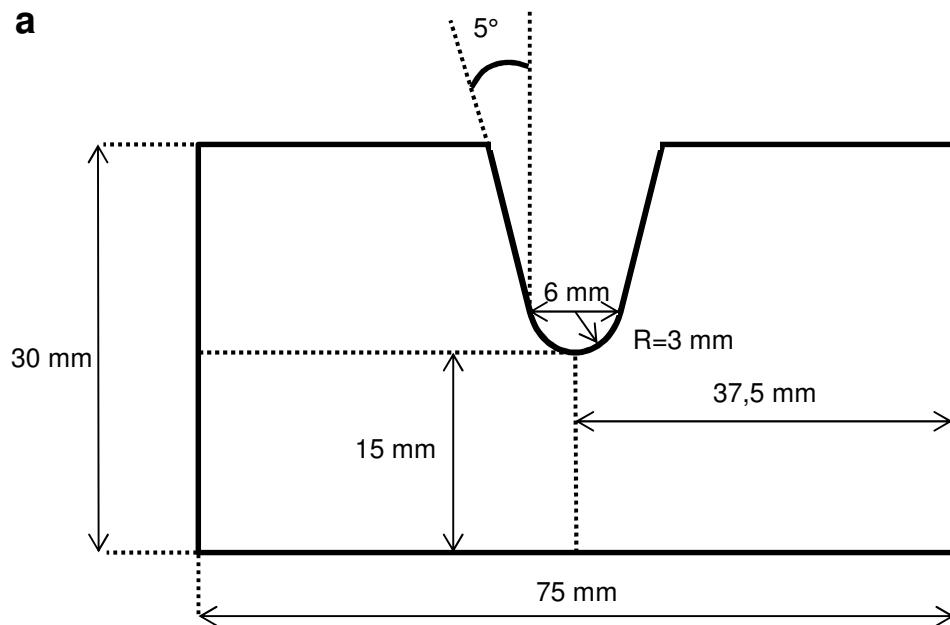
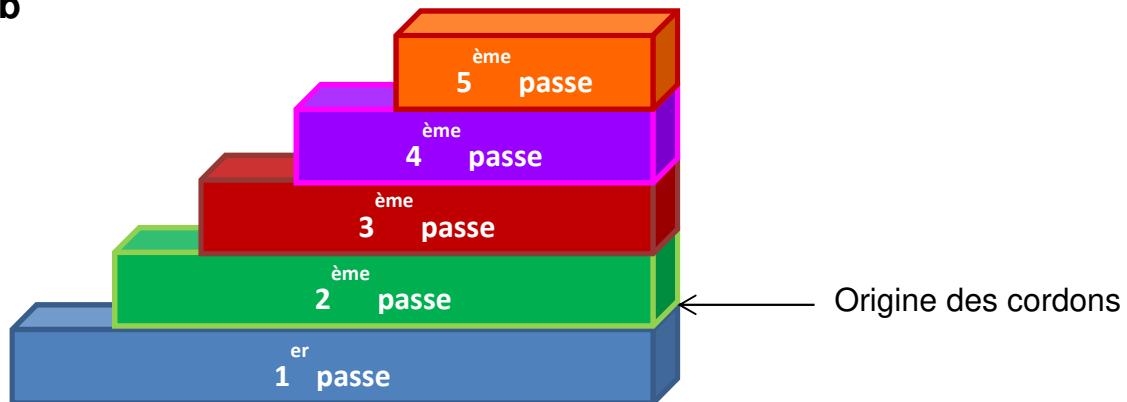
a**b**

Figure 2-6 : Géométrie du chanfrein (a) et schéma de l'enchaînement des passes de la maquette étagée (b)

Tableau 2-3 : Longueurs des cordons de la maquette étagée

	Passe 1	Passe 2	Passe 3	Passe 4	Passe 5
Longueur des passes	35 cm	28,5 cm	22 cm	15,7 cm	9,5 cm

La tôle utilisée pour la maquette étagée est en A690 pour une longueur totale de 35 cm.

3.2.3. Méthode de caractérisation

Les deux types d'échantillons sont caractérisés par des coupes transverses (orthogonales à la direction du soudage, T) et par des coupes longitudinales (parallèles à la direction du soudage, L) passant par le milieu de la soudure. La Figure 2-7 décrit les différents plans de coupe des échantillons.

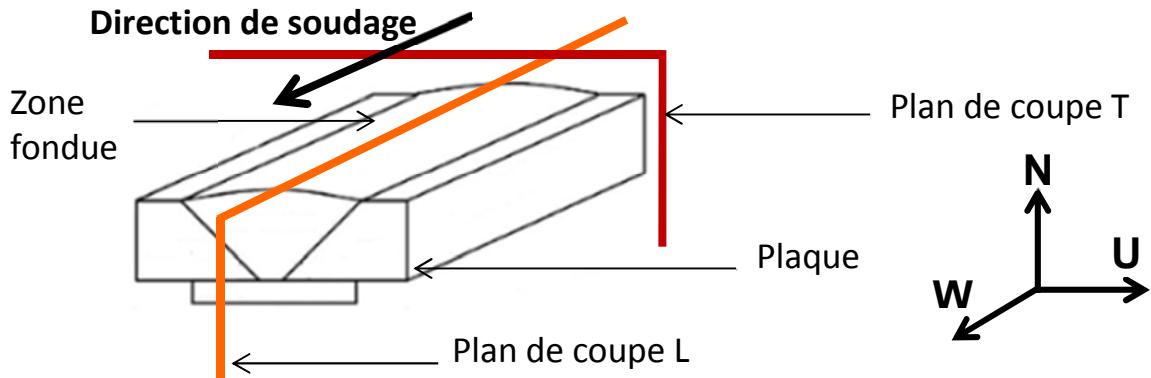


Figure 2-7 : Méthode de caractérisation des expériences de soudage

Pour faciliter la lecture des différents résultats issus des techniques d'analyses présentées dans la suite, un repère orthonormé est appliqué sur l'échantillon (Figure 2-7). Sur chaque plan de coupe, la direction de soudage est notée **W**. La direction normale par rapport à l'interface MB/ZF sera notée **N** et la troisième direction sera appelée **U**.

II. Techniques d'analyse

1. Analyse thermique différentielle (ATD)

Le dépouillement du signal ATD s'effectue en suivant les recommandations de Boettinger [2-2] ainsi que les observations de Bobadilla et al [2-3]. La détermination des températures de liquidus et de solidus nécessite de tracer l'évolution du flux thermique (signal ATD) en fonction de la température de l'échantillon analysée. Cette analyse se base uniquement sur les pics de fusion. La température de liquidus est identifiée comme étant la température où le signal ATD est maximal en valeur absolue. La température de solidus est atteinte lorsque la différence de température décroche de la ligne de base du signal ATD. La machine ATD utilisée est une SETARAM setsys 16/18 Differential Thermal Analysis dont les paramètres opératoires sont donnés dans le Tableau 2-4.

Tableau 2-4 : Paramètres des expériences d'ATD

Rampe de température ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)	2, 5, 10, 20
Masse de l'échantillon (g)	$22 \cdot 10^{-3}$
Masse du composant inerte (alumine, g)	$50 \cdot 10^{-3}$
Température du traitement de dégazage ($^{\circ}\text{C}$)	250
Durée du dégazage (min)	30

La Figure 2-8 présente le signal ATD obtenu pour l'alliage FM52. Si l'identification de la température de liquidus est évidente, la température à partir de laquelle le signal ATD décroche de la ligne de base n'est pas simple à identifier. La température considérée comme étant la température de solidus est la température à partir de laquelle le rapport signal (ATD réel)/(signal ATD de la ligne de base) est inférieur à 0,99.

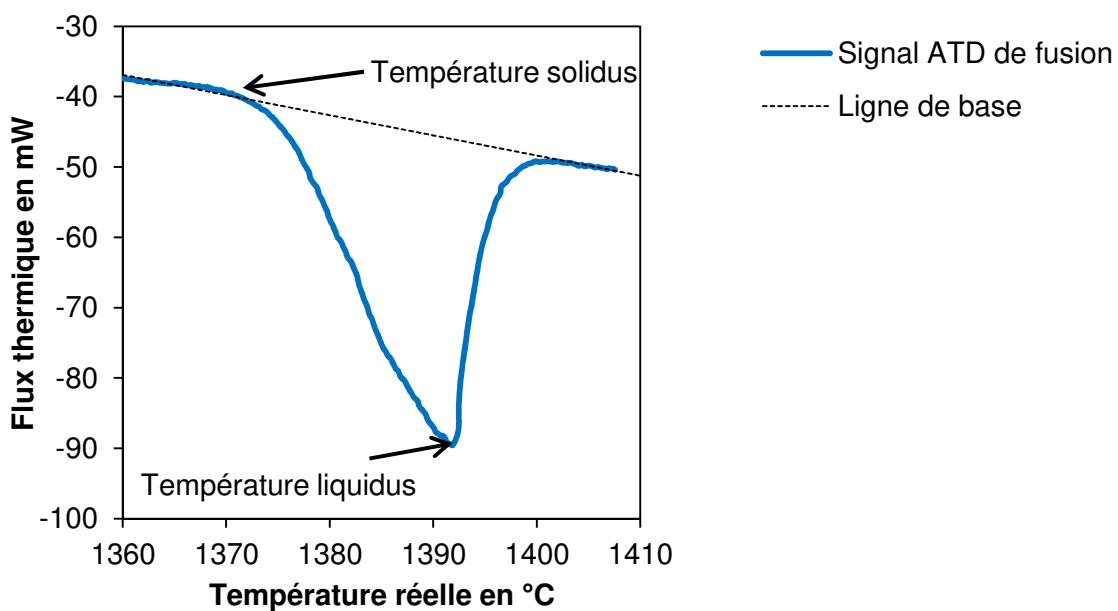


Figure 2-8 : Identification des températures caractéristiques de l'alliage FM52 sur le pic de fusion obtenu pour une vitesse de chauffe de 10°C/min

Une fois les températures identifiées, les évolutions des deux températures caractéristiques sont tracées en fonction de la rampe de température et extrapolées pour une vitesse nulle. On obtient ainsi les valeurs à l'équilibre.

2. Analyses structurales

2.1. Préparation des échantillons

La gamme de polissage utilisée est toujours la même. Des petites modifications sont cependant nécessaires suivant l'analyse à laquelle la surface préparée sera exposée.

Pour la diffraction des rayons X, les échantillons sont polis jusqu'au tapis de polissage SiC 2400. Les échantillons sont ensuite directement placés dans la machine.

Pour les observations microscopiques (optiques ou électroniques), les échantillons suivent une gamme complète de polissage. La granulométrie des tapis SiC s'étend de 600 à 4000. Ensuite, le polissage de finition s'effectue sur des draps de polissage spécifiques aux solutions diamantées de granulométrie 3 et 1 micromètres. Pour finir, l'échantillon est poli à l'aide de la suspension OPS de STRUERS (silice colloïdale) de 0,25 micromètre. Une fois le polissage terminé, l'échantillon subit une attaque électrolytique dans une solution contenant 10g d'acide oxalique di-hydraté dilué dans 100mL d'eau distillée (température ambiante) sous une tension de 4V appliquée pendant 30 à 40s. L'attaque est réalisée grâce à une machine Lectropol-5 de Struers.

Pour les analyses réalisées à la microsonde de Castaing ou par l'EBSD, la gamme de préparation de surface est la même. Dans ce cas, il n'y a pas d'attaque électrolytique pour préserver la planéité de la surface. Le polissage est en revanche beaucoup plus long. Le polissage est réalisé à l'accustop Struers AccustStop T. Il s'agit d'un plateau surmonté d'un anneau en alumine parfaitement plan. La manipulation consiste à coller l'échantillon sur le plateau, puis à le polir

jusqu'à atteindre la hauteur de l'anneau en céramique. Le polissage mécanique effectué sur papier abrasif doit être exercé avec la pression la plus faible possible afin d'éviter d'écrouir la surface.

Les deux faces de l'échantillon doivent être polies pour assurer le meilleur parallélisme possible entre les deux faces. La face ne faisant pas l'objet d'analyse est polie jusqu'au tapis SiC 1200. L'autre face est polie jusqu'à l'OPS avec l'accustop. Comme l'échantillon est collé sur un plateau en acier, il faut une nuit d'immersion complète dans l'acétone pour diluer la colle. Il faut donc compter deux jours pour préparer l'échantillon. Une fois l'échantillon décollé, il faut reprendre le polissage à l'OPS pendant une dizaine de minutes à la main pour enlever les traces d'acétone.

La technique de rinçage de l'OPS est la suivante :

- Rincer abondamment (1L) à l'eau chaude sur draps d'OPS
- Rincer abondamment à l'eau chaude et savon sur le drap d'OPS
- Nouveau rinçage abondant sur le drap d'OPS à l'eau chaude
- Immerger l'échantillon dans un cristallisoir rempli d'eau chaude savonneuse
- Essuyer délicatement la surface avec du papier filtre (il est possible que cette étape soit à effectuer plusieurs fois)
- Rincer l'échantillon à l'éthanol et le sécher au sèche-cheveux

Il est conseillé d'utiliser de l'eau chaude comme lubrifiant pendant le polissage de finition (OPS et suspensions diamantées) plutôt que les lubrifiants à base alcool de Struers. L'accustop n'est pas fait pour être utilisé avec les suspensions, il faut donc mettre de la graisse ou de la paraffine dans le filet pour éviter de le gripper. Enfin, la présence des TiN rend le polissage délicat. Ces particules se détachent pendant la phase de finition et la surface présente un aspect « labouré ». Ce phénomène n'est pas observé dans les zones fondues mais est présent sur le métal de base.

2.2. Analyse cristallographique

Le fil FM52 a été caractérisé à l'aide d'une machine de diffraction des rayons X SIEMENS D8 Brucker AXS muni d'une électrode de cuivre utilisant la longueur d'onde $K_{\alpha 1}$ du cuivre de longueur d'onde 1,541 Å. Le but de cette expérience est de vérifier que le matériau est bien austénitique. Les diffractogrammes obtenus sont analysés avec le logiciel EVA.

2.3. Microscopie optique et électronique

Les analyses de microscopie optique sont réalisées à l'aide d'un microscope optique ZEISS Axioplan 2 imaging équipé d'une caméra numérique Axiocom MRc5 et piloté avec le logiciel Axiovision. Les échantillons ont pu être observés sous lumière blanche, en champ sombre ou en lumière polarisée. Le champ sombre est particulièrement efficace pour valider le polissage des échantillons avant les analyses de microscopie électronique.

L'examen des échantillons en microscope électronique à balayage (MEB) a été réalisé sur un FEI Quanta 650 FEG. Les observations ont à la fois été réalisées sur des échantillons attaqués ou non, en analyse d'électrons secondaires (SE) ou d'électrons rétrodiffusés (BSE). Les meilleures images ont été réalisées avec une tension de 25kV, d'une taille de spot 3 et d'une distance de travail de 11 mm.

3. Analyse chimique

3.1. Carbone soufre

La machine dédiée spécifiquement à l'évaluation des teneurs en carbone et soufre des alliages est l'analyseur Carbone/Soufre. L'échantillon est placé dans un creuset, lui-même introduit dans un four à induction. L'échantillon est porté à 1800°C sous flux d'oxygène dans la chambre de combustion. Le carbone et le soufre sont transformés en dioxyde de carbone et en dioxyde de soufre. Ces gaz sont ensuite analysés pour obtenir les concentrations en soufre et en carbone de l'alliage.

Dans ce travail, l'appareil utilisé est un HORIBA C/S analyser EMIA 320V. L'échantillon n'est pas placé directement dans le four. L'appareil doit être étalonné par des témoins ayant une composition en soufre et en carbone proche de celle de l'alliage. De plus, des billes d'étain et du tungstène sont ajoutés dans le creuset pour faciliter la combustion. Le détail de la recette est donné dans le Tableau 2-5.

Tableau 2-5 : Recette utilisée pour le dosage du carbone et du soufre dans le fil FM52

Composition du creuset	Etalon utilisé pour la calibration	Données constructeur pour les teneurs en carbone et soufre
0,5 g de fil par creuset	Carbone : 201-13 à %C = 0,044% massique	0,04% massique maximum
6 billes d'étain	Soufre : JSSS 242-11, %S = 0,032% massique	0,015% massique maximum
Une louche de Tungstène		

La teneur en soufre du témoin est un peu éloignée de la teneur de l'alliage donnée par le constructeur mais il n'y avait pas de meilleur témoin à disposition.

3.2. Microsonde de Castaing

La microsonde de Castaing est une méthode d'analyse élémentaire. Elle consiste à bombarder un échantillon avec des électrons et à analyser le spectre des rayons X émis par l'échantillon sous cette sollicitation. Sur la Figure 2-9, on constate une forte disproportion entre les différentes zones d'émission. La zone d'émission des électrons secondaires utilisée en imagerie est de quelques nm³ alors que le volume d'émission X est de l'ordre du μm³.

Chacun des photons X possède une longueur d'onde caractéristique de chaque élément du tableau périodique, ce qui justifie leur usage pour la détermination de la composition chimique. Deux techniques utilisent cette source de radiation : la spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS) et la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde (WDS). Pour ce travail, la microsonde utilisée est un appareil de type JEOL JXA 8530F utilisant la technique WDS.

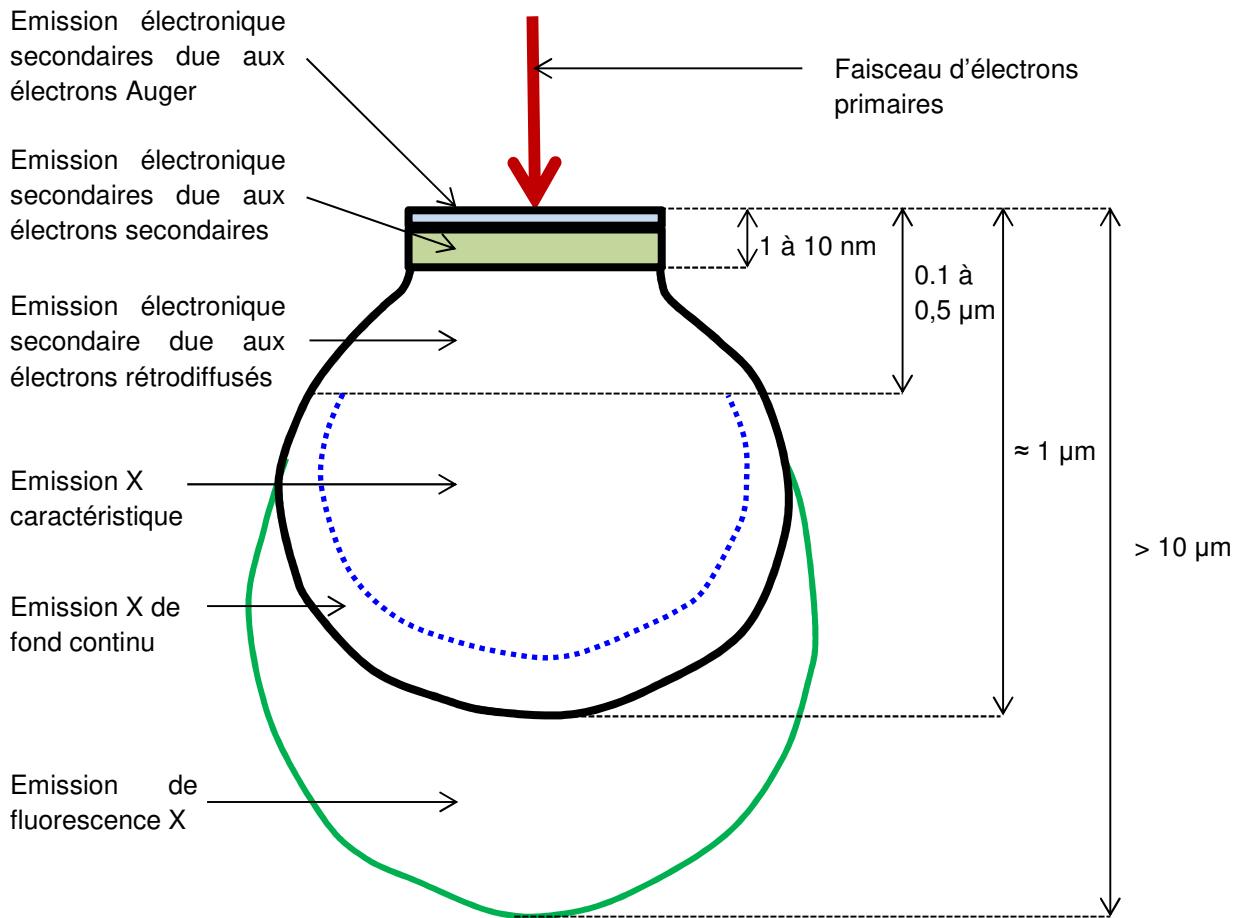


Figure 2-9 : Représentation des zones d’interactions entre faisceau électronique primaire et la matière de l’échantillon en microscopie électronique [2-4]

Une fois l’échantillon excité, les photons X sont analysés par un spectromètre à dispersion de longueur d’onde. Un cristal monochromateur est chargé de filtrer le faisceau incident polychromatique (il contient les photons émis par tous les éléments contenus dans l’échantillon) de photons X pour en extraire le rayonnement caractéristique d’un élément de l’échantillon.

Pour une distance inter réticulaire d et un angle d’incidence du faisceau de photons X θ_B (angle de Bragg), seuls les rayonnements de longueur d’onde λ suivant la loi de Bragg (2-1) sont envoyés vers le compteur proportionnel. Le signal collecté subit ensuite un traitement et est converti en pourcentage (massique, atomique...).

$$2d * \sin(\theta_B) = n * \lambda \quad (2-1)$$

Il y a une longueur d’onde par élément, il faut donc un spectromètre à dispersion de longueur d’onde calibré pour chacun d’entre eux. La microsonde utilisée possède 4 spectromètres, ce qui implique de faire plusieurs tours d’analyses dès que le nombre d’éléments à doser est supérieur à quatre. À noter que chaque monochromateur doit être étalonné par une référence pour chaque élément.

Il faut préciser que le dosage d’éléments légers (numéro atomique inférieur à celui du Fluor) doit faire l’objet d’une attention particulière [2-1], [2-5].

Dans ce travail, aucun élément léger n'a été dosé. Les analyses ont été menées dans les conditions standards d'utilisation (faisceau incident à 15 keV, distance de travail de 11 mm).

III. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

L'EBSD est utilisée pour déterminer la texture ou l'orientation cristalline de chaque grain d'un matériau. C'est une méthode de caractérisation microstructurale puissante [2-6]. Elle est largement employée pour caractériser les microstructures [2-7], [2-8], les joints de grains [2-9], de l'identification de phase [2-10], la recristallisation [2-11], l'étude des micro [2-12] et macro-textures [2-13], [2-14], la détermination de contraintes [2-15] et pour l'étude de la solidification [2-16], [2-17].

1. Principe

Expérimentalement, l'analyse EBSD s'effectue dans un MEB équipé d'un détecteur EBSD. La configuration de l'expérience est schématisée par la Figure 2-10. Pour produire un cliché de diffraction ayant un signal optimal, l'échantillon est incliné à 70° par rapport à l'horizontale pour avoir le meilleur contraste possible sur le cliché de diffraction.

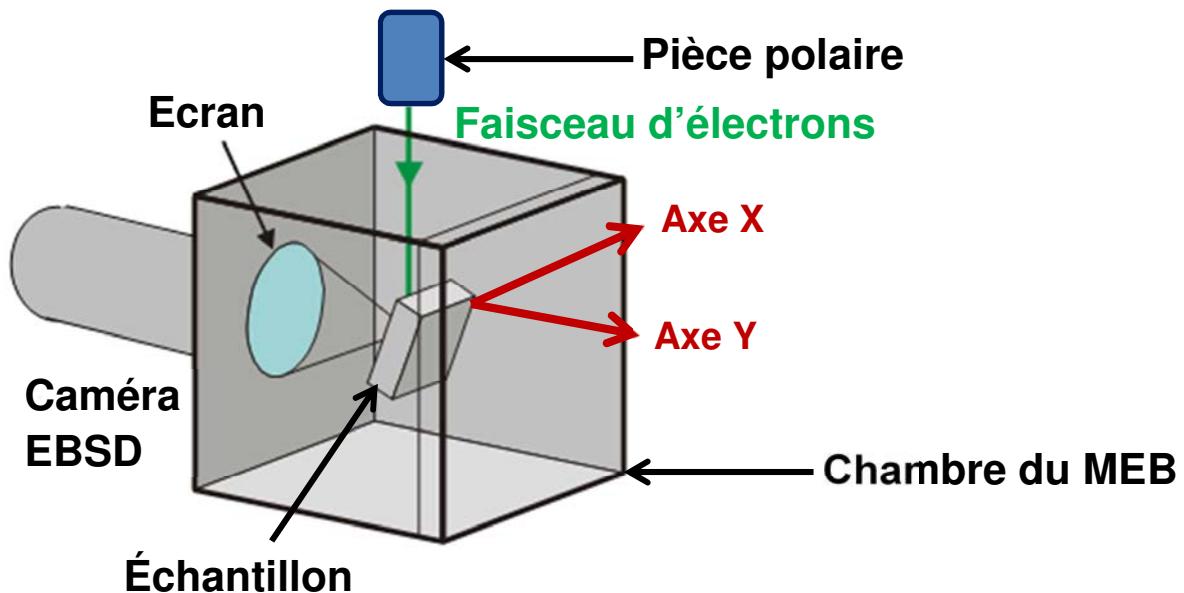


Figure 2-10 : Schéma de la configuration de l'échantillon dans le MEB pendant l'analyse EBSD

La formation du cliché de diffraction des électrons rétrodiffusés est résumée comme suit. D'abord, le faisceau incident rencontre l'échantillon. Lors de l'interaction avec la matière, les électrons sont diffractés. Cette diffraction génère des électrons rétrodiffusés qui diffractent dans toutes les directions de l'espace. Les électrons respectant les conditions de diffraction de la loi de Bragg, pour un plan cristallin donné, sont canalisés différemment des autres, ce qui produit un changement d'intensité. Pour chaque plan, ces électrons forment deux cônes de diffraction contenant les informations d'orientation du cristal. Un détecteur muni d'un écran phosphorescent et d'une caméra faible lumière vient intercepter ces deux cônes. Ceci forme le diagramme de Kikuchi dont un exemple est donné en Figure 2-11.

L'écart angulaire entre chaque bande correspond à l'angle entre chaque plan. La largeur des bandes correspond à la distance inter-réticulaire des plans considérés. Connaissant la structure cristalline du matériau, il est alors possible de remonter à l'orientation cristalline du grain. L'échantillon étant incliné à 70°, l'obtention d'un diagramme de Kikuchi de bonne qualité (contraste) nécessite une excellente planéité de la surface, d'autant plus si la zone observée est grande. À ce paramètre doivent être ajoutés le parallélisme entre la caméra et la surface analysée, la distance de travail échantillon/pièce polaire et la distance de travail échantillon/caméra.

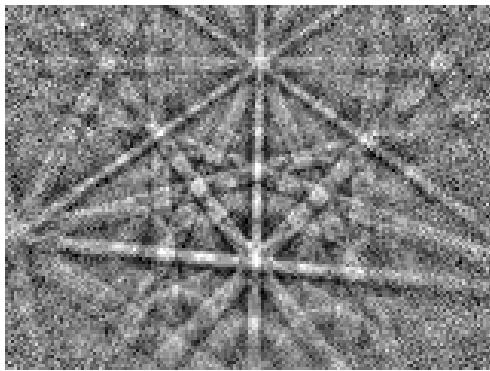


Figure 2-11 : Exemple d'un diagramme de Kikuchi obtenu dans un grain de l'alliage A690, grossissement x100

Pour indexer les diagrammes de Kikuchi, c'est-à-dire définir l'orientation correspondante, le diagramme de Kikuchi est comparé à un cliché théorique dit de calibration, spécifique à une phase (austénite des superalliages base nickel dans ce travail). L'identification des bandes donne l'orientation. Les fichiers de calibration spécifiques à une phase sont fournis pour un couple de distances de travail donné. En balayant la surface de l'échantillon avec un certain pas d'analyse, on obtient une carte des orientations de tous les pixels de l'image.

2. Paramètres d'acquisition

Les analyses de diffraction des électrons rétrodiffusés sont réalisées par l'intermédiaire d'un microscope électronique à balayage QUANTA 650 FEG équipé d'un détecteur EBSD NordlysF+. Les données sont collectées avec l'aide du logiciel HKL FastAcquisition. Les paramètres d'analyse sont donnés dans le Tableau 2-6.

Tableau 2-6 : Paramètres MEB et paramètres de FastAcquisition

Paramètres MEB	
Distance de travail par rapport à la pièce polaire	12 ou 15 mm
Distance de travail par rapport à la caméra	12 mm
Taille de spot	5
Inclinaison de l'échantillon	70°
Tension d'accélération	25 kV
Grossissement	x100
Paramètres FastAcquisition	
Temps d'intégration	7 ms
Nombre de passes	1
Nombre de réflexions	60
Binning	4x4
Gain	2
Résolution de Hough	70
Nombre de bandes	8 à 12
Pas d'analyse	Métal de base : 1 micromètre Lignes de soudage : 5 micromètres Maquette étagée : 6 micromètres

Pour les systèmes cristallins à forte symétrie comme les structures cubiques, un nombre minimum de 5 bandes est nécessaire pour l'indexation. Dans ce travail, 12 bandes sont utilisées pour diminuer les erreurs d'indexation [2-6]. Les bandes peuvent être détectées suivant deux méthodes : détection des bords des bandes et détection du centre des bandes. Il est préférable d'utiliser le centre des bandes lorsque celles-ci ne sont pas clairement visibles [2-18]. Aucune différence sur la qualité des cartes n'a été observée dans ce travail suivant l'une ou l'autre méthode.

Les analyses EBSD des soudures sont réalisées sur des surfaces importantes. L'analyse EBSD du cordon de soudage de la maquette 3 passes a nécessité la réalisation de 59 cartes. Ces cartes sont assemblées manuellement avec l'outil « maps stitcher » de HKL.

Pour garantir une bonne reconstruction de ces grandes cartes, un recouvrement suffisant en abscisse (axe X, Figure 2-10) et ordonnée (axe Y, Figure 2-10) doit être employé. Pour un grossissement de 100, les cartes sont collectées tous les 1300 micromètres. L'outil « matrix job » est utilisé. Le déplacement sur l'axe Y est de 240 microns. Pour ce déplacement, la caméra doit être retirée pour pouvoir réajuster la distance de travail échantillon pièce polaire sans risquer de collision entre la caméra et l'échantillon. Une fois la mise au point terminée, un nouveau « matrix job » peut être programmé. Tous les résultats sont analysés avec le logiciel HKL channel 5 de Oxford version 2007.

3. Analyses des cartes

La caractérisation par EBSD permet d'obtenir des cartographies de surface avec un contraste d'orientation. Il existe deux conventions permettant de définir une orientation. Il s'agit des conventions de Bunge (angles d'Euler) et la convention de Rodrigues (quaternions) [2-6]. Dans ce travail, les orientations sont exprimées en utilisant les angles d'Euler dans la convention Bunge. La suite s'attache donc à décrire cette convention et les outils utilisés pour caractériser les macrotextures.

3.1. Angles d'Euler

Une orientation cristalline est définie grâce à deux repères orthonormés directs :

- le repère échantillon noté O de coordonnées (x, y, z)
- le repère du cristal K de coordonnées (x_3 , y_3 , z_3) dont les axes sont choisis en fonction du système cristallin de l'échantillon. Dans le cas des structures cubiques, les coordonnées sont basées sur les 3 directions <100> formant un repère direct. Ainsi, il existe 24 repères orthonormés équivalents pour définir l'orientation d'une maille cubique.

Une orientation cristalline est définie comme une rotation g qui permet de passer du repère O au repère K. Grâce à la convention de Bunge, la rotation g se décompose en trois rotations successives (Figure 2-12) :

- Une rotation d'angle φ_1 autour de l'axe z du repère O le transformant en un repère O_1 (x_1 , y_1 , z_1).
- Une rotation d'angle Φ autour de l'axe x_1 du repère O_1 le transformant en un repère O_2 (x_2 , y_2 , z_2)
- Une rotation d'angle φ_2 autour de l'axe z_2 du repère O_2 le transformant en K

Ces trois angles sont appelés angles d'Euler.

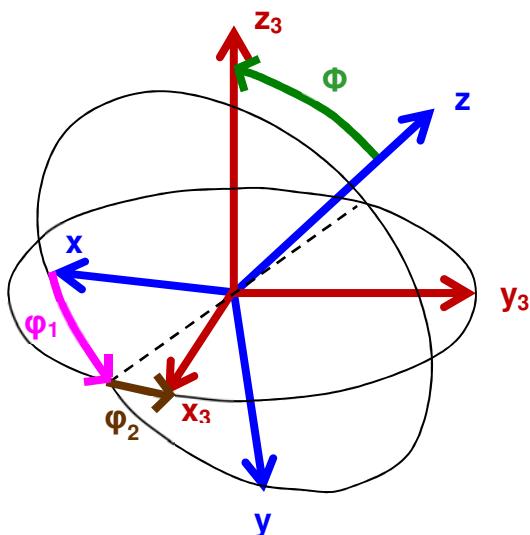


Figure 2-12 : Définition des orientations suivant la convention des angles d'Euler dans la convention de Bunge

Avec cette convention de rotation, la rotation g est associée à une matrice de rotation L du repère O vers le repère K. Cette matrice est définie comme étant le produit des trois matrices respectivement associées aux rotations suivant les trois angles d'Euler. Cette matrice s'écrit par l'équation (2-2).

$$L = \begin{bmatrix} A * E - B * C * F & -AF - B * C * E & B * D \\ B * F - A * C * F & -B * F + A * C * E & -D * A \\ D * F & D * E & C \end{bmatrix} \quad (2-2)$$

avec

$$A = \cos \varphi_1 \quad D = \sin \Phi$$

$$B = \sin \varphi_1 \quad E = \cos \varphi_2$$

$$C = \cos \Phi \quad F = \sin \varphi_2$$

Ainsi, une orientation peut être définie par autant de rotations accordées par la géométrie du système cristallin. Le critère de désorientation permet de définir de façon unique l'orientation de chaque maille.

Soit deux grains adjacents dont l'un a l'orientation définie par la maille 1 et le second par la maille 2. La désorientation entre ces deux grains est définie par l'équation (2-3) avec $L_{\text{maille}2}^{-1}$ l'inverse de la matrice de rotation L de la maille 2.

$$X = L_{\text{maille}1} * L_{\text{maille}2}^{-1} \quad (2-3)$$

Par convention, on définit une désorientation de façon unique en considérant la rotation d'angle minimal, noté θ , autour d'un axe cristallin commun aux deux mailles voisines. Le cosinus de cet angle est défini par l'équation (2-4). Ainsi, au-delà d'une certaine désorientation critique, les deux mailles sont considérées comme appartenant à deux grains distincts. Ce critère est également utilisé pour définir les joints de grains spéciaux dit joints de grains CSL (coincident site lattice) tels les joints de macle dans les structures cubiques. La nuance à apporter à un joint de grain CSL est que la désorientation est mesuré par rapport à un axe (direction cristalline) particulier.

$$\cos \theta = \frac{\text{trace}(X) - 1}{2} \quad (2-4)$$

Dans ce travail, **un grain est défini par une désorientation de 10°**. Les **macles sont caractérisées par une désorientation de 60° autour d'une direction <111>**. Un autre critère de définition d'un joint de grain est utilisé. Il s'agit de l'option « grain boundary completion ». Ce critère permet aux joints de grains incomplets, définies par l'angle de désorientation de 10°, de suivre un angle de désorientation d'une valeur inférieure à 10°. Par conséquent, cela aide à détecter les grains sans introduire de bruit dans le résultat. **Cette limite est fixée à 1°**.

3.2. Evaluation des macrotextures

Ce paragraphe s'attache à décrire les différents outils permettant l'étude des macrotextures (texture à l'échelle macroscopique) dans les matériaux.

3.2.1. Figure de pôles et figure de pôles inverse

La figure de pôles (PF) représente la projection d'une certaine direction cristalline sur un plan du repère échantillon. Le principe de construction est décrit en Figure 2-13. D'abord, la maille est placée, avec son orientation relative au repère O, dans une sphère des pôles dont le plan médian est le plan de la projection. Ensuite, les normales directes aux plans cristallins sélectionnées (ici les directions $<100>$) percent la sphère des pôles en des points caractéristiques fonction de l'orientation de la maille. La dernière étape est la projection stéréographique de ces points sur le plan médian de la sphère. Le résultat de cette projection est appelée figure de pôles. On peut utiliser la partie supérieure ou inférieure de la sphère des pôles pour réaliser cette projection. Dans ces conditions, le pôle sud (cas représenté par la Figure 2-13) ou le pôle nord sont respectivement utilisés pour la projection stéréographique.

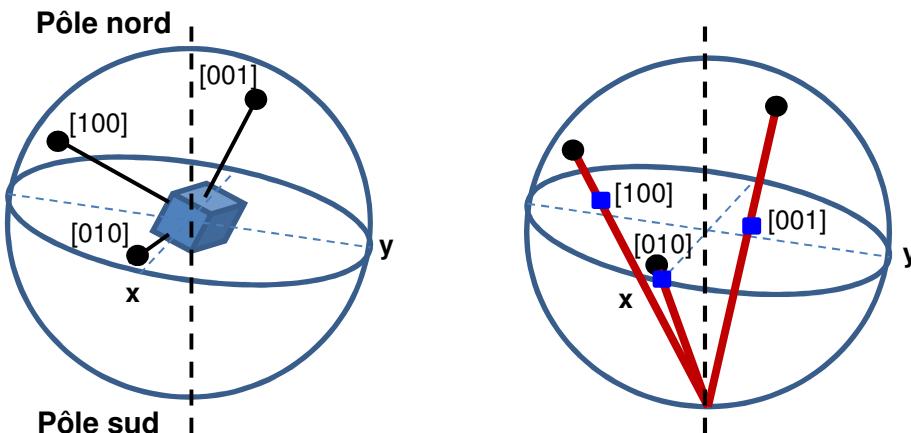


Figure 2-13 : Construction de la figure de pôles $<100>$ pour une maille cubique dans le plan xy du repère échantillon

Cet outil est particulièrement efficace pour visualiser les macrotextures. L'opération présentée en Figure 2-13 est répétée pour chaque pixel de la carte EBSD. Ainsi, si une direction cristalline est privilégiée sur la surface analysée, les projections stéréographiques vont se concentrer sur certaines régions du plan du repère O considéré.

Le logiciel propose deux types de projection : une projection stéréographique (Figure 2-13) qui conserve les angles et une projection dite des surfaces égales, ce qui signifie que la surface occupée sur la sphère par les directions cristallines créant la texture est la même que celle projetée sur le plan médian de la sphère des pôles. Dans ce travail, les figures de pôles sont toujours issues de projections stéréographiques en utilisant l'hémisphère nord. Les figures de pôles illustrant ce manuscrit sont réalisées avec les données de grains, et non avec les données de pixels. **Un fichier .txt est généré avec les données de grains puis est réintroduit dans HKL pour tracer les figures.**

Un objet voisin de la figure de pôles également employé pour la caractérisation des textures est la figure de pôles inverse (IPF). Au lieu de projeter les pôles cristallographiques sur un plan du repère échantillon, le vecteur de chaque maille colinéaire avec une direction du repère O est projeté

sur le plan des orientations cristallines locales. Ce plan est appelé triangle standard des orientations. Ce formalisme est souvent utilisé pour décrire les orientations sur une carte EBSD. Ce contraste est représenté par un code de couleur dit IPF en utilisant les couleurs élémentaires rouge/vert/bleu dont l'illustration est donnée par la Figure 2-14.

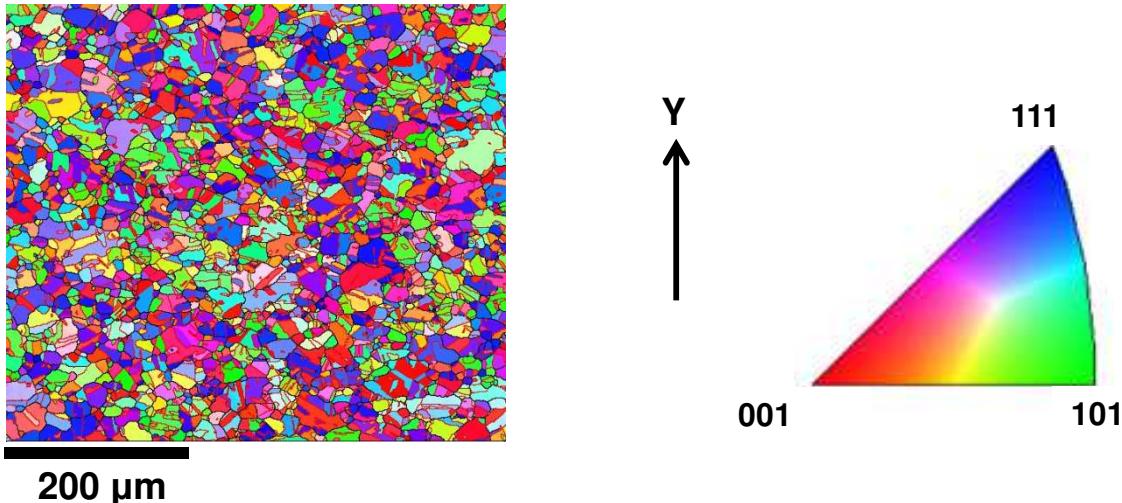


Figure 2-14 : Carte EBSD en mode IPF selon la direction Y du repère échantillon symbolisant les orientations cristallines dans le triangle standard des orientations. Carte obtenue pour l'analyse du métal de base A600 de la ligne 3309

La légende présentée en Figure 2-14 signifie que les grains ayant une direction $<100>$ proche de la direction Y apparaissent en rouge, les grains dont une direction $<101>$ est proche de Y sont en vert et les grains bleus sont ceux dont une direction $<111>$ est proche de Y. Dans ce cas, il s'agit d'une structure isotrope. La présence de texture aurait été révélée par la présence d'un grand nombre de grains colorés par la même couleur.

Les PF et IPF indiquent seulement l'orientation de directions cristallines sélectionnées par l'utilisateur, c'est-à-dire qu'il faut définir à la fois une direction cristalline et une direction géométrique du repère échantillon. Ceci représente donc seulement une fraction des orientations révélées par l'EBSD, d'où l'emploi de moyens supplémentaires.

3.2.2. Fonction de distribution des orientations et Indice de texture

La technique de l'EBSD permet d'acquérir la description des orientations de tous les grains de la surface analysée. Ces informations peuvent être utilisées pour construire une fonction de distribution des orientations (ODF), indiquant la probabilité de trouver un élément de volume avec une orientation particulière. Ainsi, à une orientation g donnée est associée une densité d'orientation f dans l'espace d'Euler, l'espace d'Euler étant l'espace tridimensionnel défini par les trois angles d'Euler. Cette fonction de densité f s'exprime par l'ensemble des relations (2-5), (2-6) et (2-7) définies par Bunge [2-19].

$$\frac{dV}{V} = f(g) * dg \quad (2-5)$$

$$dg = \frac{1}{8 * \pi} * \sin\Phi * d\varphi_1 * d\Phi * d\varphi_2 \quad (2-6)$$

$$\int f(g) * dg = 1 \text{ et } f(g) > 0 \quad (2-7)$$

Généralement, la fonction de distribution des orientations est représentée par des sections à angle ϕ_1 ou ϕ_2 constant. Dans les aciers austénitiques laminés, l'ODF est représentée par la section à $\phi_2 = 45^\circ$ qui contient la plupart des composantes de texture classiquement observées dans ce cas. Dans le cas de ces aciers, les textures de laminage se composent souvent d'un ensemble d'orientations préférentielles comprenant les orientations caractéristiques $\{110\}<112>$ (orientation laiton) et $\{112\}<111>$ (orientation cuivre) [2-20].

Enfin, l'acuité de la texture est caractérisée par l'indice de texture défini par (2-8). Pour une structure isotrope, cet indice vaut 1. Plus la structure est texturée, plus la valeur de IT augmente.

$$IT = \int f(g)^2 * dg \quad (2-8)$$

3.2.3. Méthodes de calcul

Ce paragraphe donne les différents paramètres pour le calcul des figures de pôles et des ODFs. Les figures de pôles et les figures de pôles inverses sont calculées avec le logiciel Mambo, les ODF avec le logiciel Salsa. Les valeurs des paramètres sont directement extraites du manuel d'utilisation de HKL channel 5 [2-21].

Tableau 2-7 : Paramètres des logiciels utilisés pour le traitement des données EBSD

Mambo	
Largeur à mi-hauteur de la gaussienne	5°
Regroupement des données	3°
Densité maximale affichée sur la figure	10
Salsa	
Méthode de calcul	Méthode du développement en série de fonctions harmoniques sphériques généralisées
Résolution	32*16*16
Largeur à mi-hauteur de la gaussienne	5°
Degré du polynôme de Legendre maximal	22
Regroupement des données	5°

4. Routine de nettoyage des cartes

Après la préparation d'échantillon, le traitement d'image des cartes EBSD réduisant le bruit est le second défi à relever. Ce bruit a deux sources. Il y a d'abord les pixels non indexés (« zéro solution ») et les indexations incorrectes. Ces dernières sont définies comme étant un groupe de pixels à supprimer avant d'analyser les résultats. Il convient d'élaborer une méthode pour à la fois, supprimer les indexations incorrectes et diminuer le pourcentage de « zéro solution » sans altérer les données. Il n'existe pas de méthode de traitement rigoureuse pour corriger les cartes.

Cependant, certaines conventions existent [2-22], [2-23]. Il est reconnu que les pixels isolés (Wild Spikes) doivent être éliminés en premier. Ensuite, l'utilisateur choisit une taille critique de groupe de pixels considérés comme étant du bruit. La taille de ces groupes est comprise entre un et cinq fois la surface d'un pixel de l'image, c'est-à-dire le pas d'analyse. Une fois choisis, ces

groupes sont supprimés et l'on procède à la dilatation des pixels (basée sur 5 ou 6 voisins) pour indexer les pixels « zéro solution ». Néanmoins, il est difficile de savoir quelle taille de groupe choisir.

Une méthodologie de traitement des données est proposée dans ce travail pour déterminer la taille critique des groupes de pixels à supprimer. Cette méthode est présentée en **ANNEXE A**. Il semblerait que la taille des groupes est dépendante de la taille de grains analysés. Les résultats sont répertoriés dans le Tableau 2-8.

Tableau 2-8 : Taille des groupes suivant la région des soudures analysées

Régions analysées	Taille des groupes	Diamètre équivalent des grains
Métal de base (A600 et 316L)	3 pixels de 1 µm de côté	1,4 µm
Métal de base A690	3 pixels de 1 µm de côté	1,4 µm
ZAT (A600 et A690)	2 pixels de 5 ou 6 µm de côté	5,6 µm
Zone Fondu (maquette étagée et ligne de fusion)	3 pixels de 5 ou 6 µm de côté	≈7 µm

Vu le mode de fonctionnement de HKL channel 5, ce type de méthode de traitement est ingérable pour les matériaux présentant des hétérogénéités de taille des grains, comme c'est le cas dans les structures soudées. Pour le nettoyage des cartes réunifiées, la taille du groupe choisie est égale à celle déterminée pour la zone fondue. L'erreur générée dans la ZAT est alors négligeable sur le nombre de grains. En revanche, ce n'est pas le cas pour le métal de base, c'est pourquoi il est analysé à part. Avec cette étude, on pourrait conclure que le pas d'analyse doit être inférieur ou égal à 5% de la taille moyenne analysée. Si cette condition est respectée, la taille du groupe de pixels considéré comme du bruit est de 3 pixels.

IV. Outils numériques

1. Thermocalc

Dans ce travail, l'outil thermocalc a été utilisé avec la base de TTNI8 établie par Anderson [2-24]. Il a été notamment utilisé pour vérifier les températures caractéristiques identifiées par ATD, déterminer les valeurs des coefficients de partage et comparer les profils de microségrégation. Pour ce faire, des calculs de solidification dit à l'équilibre et des calculs via le module Scheil, qui prend en compte les hypothèses du modèle de microségrégation correspondant, sont réalisés. L'évolution de la concentration en soluté au cours de la solidification est ainsi prédite. Les macros utilisées sont présentées en **ANNEXE B**.

2. CAFE_WELD

2.1. Présentation du modèle

CAFE_WELD est l'outil développé par ESI et AREVA pour simuler les microstructures de solidification en soudage. Il permet de réaliser des calculs 3D de soudures numériques. Son fonctionnement est différent des calculs CAFE présentés au chapitre 1. CAFE_WELD réalise un post-traitement Automate Cellulaire du calcul de thermique effectué par SYSWELD. Aucun couplage n'est donc mis en œuvre.

L'expérience de soudage A600vsFM52 (expérience 3309) est modélisée dans son intégralité. Une partie du maillage éléments finis est choisie pour le calcul CAFE_WELD (le régime permanent de la thermique doit être établi dans cette partie du maillage). Une structure isotrope est générée dans une boîte CAFE placée dans le maillage éléments finis prélevé. Lorsque la source de chaleur arrive, les grains fondent et les structures de solidification croissent par épitaxie sur les grains présents à l'interface (Figure 2-15).

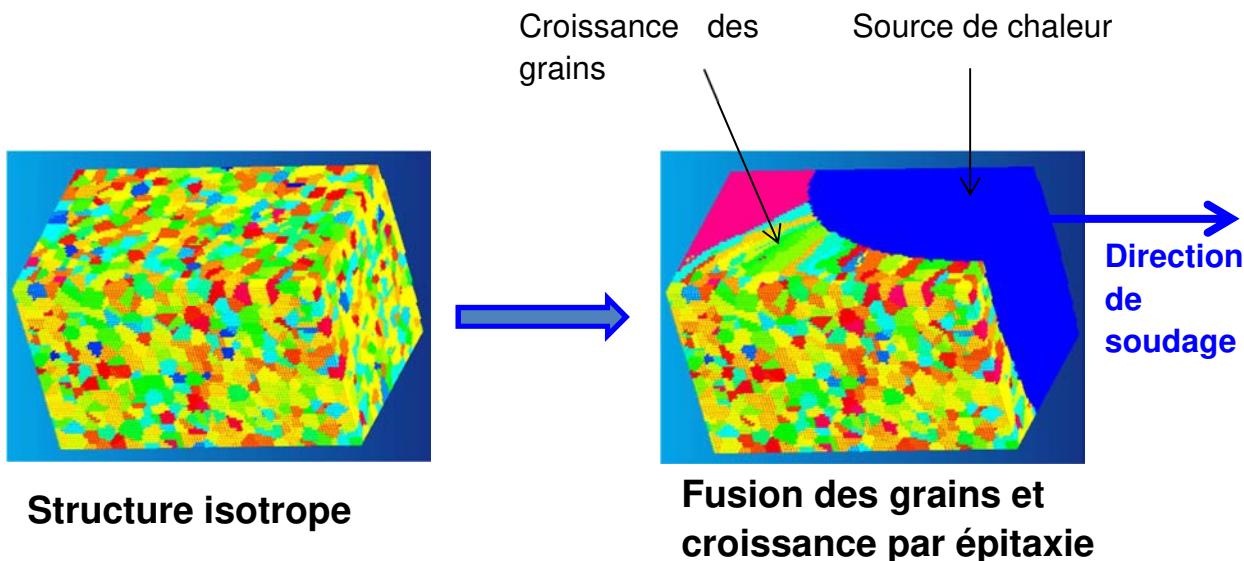


Figure 2-15 : Illustration du principe de fonctionnement de CAFE_WELD

Les hypothèses du modèle CAFE_WELD sont les suivantes :

- Direction de croissance <100> (proche du gradient) des grains à l'interface imposée
- Croissance épitaxiale sur les grains partiellement fondu à l'interface
- Pas de transition colonnaire équiaxe
- Vitesse de croissance des grains donnée par la surfusion par une loi de type $V = f(\Delta T)$

2.2. Calculs et mise en données

Les calculs CAFE_WELD sont effectués sur la plate-forme HPC drive fournie par OVH Oxalya. Elle contient un cluster de 50 cœurs et une machine de visualisation de 10 cœurs. Une session de visualisation graphique permet de démarrer un logiciel graphique dans un bureau et d'interagir avec lui comme si il était ouvert localement. Pour cela, HPCDrive donne accès à distance à un bureau complet avec les applications souhaitées, notamment les logiciels de simulation dédiés au soudage développés par ESI.

2.3. Dépouillement des résultats

Une fois le calcul CAFE_WELD terminé, un fichier APM.erf5 est généré. Ce fichier contient toutes les informations des cellules de la boîte CAFE. Les données relatives aux cellules et aux grains en termes de position géométrique et d'orientation (angles d'Euler) sont exportées dans deux fichiers txt. Via un programme SYSWELD, ces deux fichiers sont utilisés pour réaliser des coupes 2D dans la boîte CAFE. Le nouveau fichier txt créé contient les coordonnées XY de chaque cellule ainsi que leur orientation cristalline. Ce fichier txt est ensuite introduit dans HKL channel 5 pour reconstruire une carte d'orientation cristalline. Cette carte peut alors être traitée avec les mêmes outils que les expériences de soudage.

Toutes les étapes de la démarche à suivre pour utiliser la plate-forme et les différents programmes sont détaillées dans l'**ANNEXE C**.

3. Matlab

Dans ce travail, le logiciel Matlab a été utilisé pour résoudre les équations différentielles de microségrégation et de grossissement de grain. Le solver ode45 utilisant la méthode de résolution de Runge-Kutta de la bibliothèque Matlab a été utilisé. Le pas d'intégration de la méthode numérique est de 1.10^4 .

Liste des figures du chapitre 2

Figure 2-1 : Schéma explicatif du dispositif de TSD, Schéma de l'ensemble de la machine (a), Partie supérieure de la machine de TSD (b)	42
Figure 2-2 : Représentation schématique de la solidification dirigée pendant l'expérience de TSD [2-1].....	43
Figure 2-3 : Coupe longitudinale (a) et coupe transverse dans la zone pâteuse (b) réalisées sur un barreau de TSD	44
Figure 2-4 : Bobine de FM52 fournie par AREVA	45
Figure 2-5 : Schéma de principe de l'élaboration d'échantillon de TSD par creuset froid	46
Figure 2-6 : Géométrie du chanfrein (a) et schéma de l'enchaînement des passes de la maquette étagée (b).....	48
Figure 2-7 : Méthode de caractérisation des expériences de soudage	49
Figure 2-8 : Identification des températures caractéristiques de l'alliage FM52 sur le pic de fusion obtenu pour une vitesse de chauffe de 10°C/min.....	50
Figure 2-9 : Représentation des zones d'interactions entre faisceau électronique primaire et la matière de l'échantillon en microscopie électronique [2-4].....	53
Figure 2-10 : Schéma de la configuration de l'échantillon dans le MEB pendant l'analyse EBSD..	54
Figure 2-11 : Exemple d'un diagramme de Kikuchi obtenu dans un grain de l'alliage A690, grossissement x100	55
Figure 2-12 : Définition des orientations suivant la convention des angles d'Euler	57
Figure 2-13 : Construction de la figure de pôles <100> pour une maille cubique dans le plan xy du repère échantillon.....	59
Figure 2-14 : Carte EBSD en mode IPF selon la direction y du repère échantillon symbolisant les orientations cristallines dans le standard des orientations. Carte obtenue pour l'analyse du métal de base A600 de la ligne 3309	60
Figure 2-15 : Illustration du principe de fonctionnement de CAFE_WELD.....	63

Liste des tableaux du chapitre 2

Tableau 2-1 : Paramètres de soudage.....	47
Tableau 2-2 : Caractéristiques des lignes de soudage.....	47
Tableau 2-3 : Longueurs des cordons de la maquette étagée.....	48
Tableau 2-4 : Paramètres des expériences d'ATD	49
Tableau 2-5 : Recette utilisée pour le dosage du carbone et du soufre dans le fil FM52	52
Tableau 2-6 : Paramètres MEB et paramètres de FastAcquisition	56
Tableau 2-7 : Paramètres des logiciels utilisés pour le traitement des données EBSD	61
Tableau 2-8 : Taille des groupes suivant la région des soudures analysées	62

Bibliographie du chapitre 2

- [2-1] J. Zollinger, Influence de l'oxygène sur le comportement à la solidification d'aluminures de titane binaires et alliés au niobium basés sur le composé intermétallique γ -TiAl, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, 2008
- [2-2] W.J. Boettinger, U.R. Kattner, On Differential Thermal Analyzer Curves for the Melting and Freezing of Alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 33A, June 2002, 1779 – 1794
- [2-3] M. Bobadilla, J. Lacaze, G. Lesoult, Influence des conditions de solidification sur le déroulement de la solidification des aciers inoxydables austénitiques, Journal of Crystal Growth 89, 1988, 531 - 544
- [2-4] Jacky Ruste, Microanalyse X par sonde électronique – Principe et instrumentation, référence p885, Techniques de l'ingénieur, 10 juin 2009
- [2-5] Jacky Ruste, Microanalyse X par sonde électronique – Applications et développements, référence p886, Techniques de l'ingénieur, 10 juin 2009
- [2-6] A.J. Schwartz, M. Kumar, B.L. Adams, D.P. Field, Editors, Electron Backscattered Diffraction in Materials Science, Second edition, Springer, 2009
- [2-7] Y.S. Lim, H.P. Kim, H.D. Cho, H.H. Lee, Microscopic examination of an Alloy 600/182 weld, Materials Characterization 60, 2009, 1496 – 1506
- [2-8] S.L. Shrestha, A.J. Breen, P. Trimby, G. Proust, S.P. Ringer, J.M. Cairney, An automated method of quantifying ferrite microstructures using electron backscatter diffraction (EBSD) data, Ultramicroscopy 137, 2014, 40 – 47
- [2-9] Z. Lu, J. Chen, T. Shoji, Y. Takeda, S. Yamazaki, Characterization of microstructure, local deformation and microchemistry in alloy 690 heat-affected zone and stress corrosion cracking in high temperature water, Journal of Nuclear Materials 465, 2015, 471-481
- [2-10] K. Davut, S. Zaefferer, Statistical Reliability of Phase Fraction Determination Based on Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Investigations on the Example of an Al-TRIP Steel, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 41A, 2010, 2187 – 2197
- [2-11] H. Jazaeri, F.J. Humphreys, Quantifying recrystallization by electron backscatter diffraction, Journal of Microscopy, Volume 213, 2004, 241 – 246
- [2-12] M. Salib, J. Teixeira, L.Germain, , E. Lamielle, N. Gey, E. Aeby-Gautier, Influence of transformation temperature on microtexture formation associated with α precipitation at β grain boundaries in a β metastable titanium alloy, Acta Materialia 61, 2013, 3758 – 3768
- [2-13] L. Thijs, K. Kempen, J-P. Kruth, J. Van Humbeeck, Fine-structured aluminum products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder, Acta Materialia 61, 2013, 1809 – 1819
- [2-14] S.R Claves, W.J. Mills, Influence of Crystallographic Texture on Young's Modulus of Various Alloy 82H Welds, Microscopy and Microanalysis, 17, 2001, 341-349
- [2-15] L.H. Friedman, M.D. Vaudin, S.J. Stranick, G. Stan, Y.B. Gerbig, W. Osborn, R.F. Cook, Assessing strain mapping by electron backscatter diffraction and confocal Raman spectroscopy using wedge-indented Si, Ultramicroscopy 163, 2016, 75 – 86
- [2-16] E. Boehm-Courjault, F. Gonzales, A. Jacot, F. Kohler, A. Mariaux, C. Niederberger, M.A Salgado-Ordonica, M. Rappaz, EBSD: a powerful microstructure analysis technique in the field of solidification, Journal of Microscopy, Volume 233, 2009, 160 – 169
- [2-17] S. Mokadem, C. Bezençon, A. Hauert, A. Jacot, W. Kurz, Laser Repair of Superalloy Single Crystals with Varying Substrate Orientations, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 38A, 2007, 1500 – 1510
- [2-18] NordlysF and Fast Acquisition, Oxford Instruments, February 2010
- [2-19] H.J. Bunge, P.R. Morris, Texture Analysis in Materials Science, Butterworth & Co, 1982

[2-20] B. Petit, Etude du comportement mécanique et des modifications de textures et de microstructure induites par la transformation de phase $\gamma\text{-}\alpha'$ sous contrainte d'un acier AISI 304. Aspect expérimentaux et modélisations, Thèse de l'Université Paul Verlaine, Metz, 2006

[2-21] HKL, Channel 5, Oxford Instrument, June 2007

[2-22] NF ISO 13067, AFNOR standard (France), January 2012

[2-23] K.P. Mingard, B. Roebuck, E.G. Bennett, M. Thomas, B.P. Wynne, E.J. Palmiere, Grain size measurement by EBSD in complex hot deformed metal alloy microstructures, Journal of Microscopy, Volume 227, 2007, 298 – 308

[2-24] J. O. Anderson, T. Helander, L. Höglund, P. Shi, B. Sundman, Thermo-calc and Dictra, Computation Tools For Materials Science, Calphad 26, 2002, 273 – 312

Chapitre 3 : Caractérisations fines des phénomènes de solidification de l'alliage FM52 : solidification dirigée et soudage

Ce troisième chapitre est consacré à l'étude des phénomènes de solidification de l'alliage FM52. Il s'agit d'abord de prédire l'évolution des paramètres microstructuraux en fonction des paramètres de solidification. Ensuite, la microségrégation est caractérisée dans différentes conditions : solidification de coulée (TSD) et de soudage TIG.

Généralement, le modèle de Scheil [3-1], [3-2] (ou Scheil tronqué [3-3]) est employé dans la modélisation CAFE des procédés de soudage en raison des conditions de solidification « rapide » par rapport aux procédés de coulée [3-4]. Toutefois, si le temps pour rétrodiffuser dans le solide est faible en soudage, les structures de solidification sont elles aussi beaucoup plus fines qu'en coulée. Les éléments ont ainsi besoin de moins de temps pour rétrodiffuser dans le solide. L'emploi de la règle de Scheil n'est donc pas si immédiat [3-5]. Il convient donc d'utiliser un modèle de microségrégation prenant en compte cet aspect. Le dernier phénomène à considérer est la surfusion. À ces paramètres, il faut ajouter la vitesse d'écoulement du liquide devant le front de solidification, spécialement dans le cas du soudage où la convection dans le liquide est importante [3-6].

Après avoir brièvement décrit l'alliage FM52 et les expériences de TSD, il convient de déterminer, grâce à Thermocalc, les grandeurs thermodynamiques (coefficients de partage, pentes de liquidus) de l'alliage pour la mise en données du modèle de microségrégation développé dans ce chapitre. Ce modèle couple un calcul de surfusion de pointe et un modèle de microségrégation valable dans toutes les conditions de solidification en intégrant la convection au calcul de surfusion. Les résultats donnés par le modèle sont comparés avec ceux des expériences pour en vérifier la validité.

I. Caractérisation de l'alliage FM52

1. Composition chimique

L'alliage FM52 est dosé à la microsonde afin d'en vérifier la composition. Les résultats sont résumés dans le Tableau 3-1 et comparés aux données du fabricant. Comme présenté dans le chapitre 2, l'alliage FM52 doit être refondu pour élaborer les échantillons de TSD. Un dosage supplémentaire a donc été effectué sur un barreau de FM52 élaboré par creuset froid. Le but est de vérifier qu'il n'y a pas de contamination de l'alliage par le creuset.

Tableau 3-1 : Analyse chimique (% massique) obtenue par microsonde électronique pour l'alliage FM52 sous forme de fil et sous forme de barreau comparée avec les données du fabricant [3-7]

	Ni	Cr	Fe	Al	Ti	Mn	Si	Cu	Mo	Nb	P	Ca	Mg
Fil	57,98	29,98	10,06	0,65	0,52	0,29	0,13	0,07	0,006	0,003	0,002	0,005	0,005
Barreau	58,235	29,884	10,06	0,66	0,54	0,29	0,13	0,07	0,005	0,003	0,002	0,005	0,000
Construc teur	≈ 60	28 - 31,5	7 - 11	1,1 max	1 max	0,5 max	0,5 max	0,3 max	0,5 max	0,1 max	0,02 max	-	-

Les dosages présentés dans le Tableau 3-1 montrent qu'il n'y a aucune variation significative des pourcentages massiques des éléments pour les deux types d'échantillons. Les dosages sont conformes à la composition commerciale. Le procédé d'élaboration des barreaux par refusion des fils peut donc être utilisé.

Pour compléter le dosage chimique de la microsonde, une analyse au carbone soufre sur le fil de FM52 a été menée. Les dosages carbone/soufre sont présentés dans le Tableau 3-2.

Tableau 3-2 : Résultats de l'analyse Carbone/soufre réalisée sur l'alliage FM52 par rapport aux données du fabricant [3-7]

	%C (massique)	%S (massique)
Moyenne sur 5 échantillons	0,030	<<0,032
Données constructeur	0,04 max	0,015 max

Le Tableau 3-2 permet de vérifier que les teneurs en soufre et en carbone de l'alliage FM52 sont elles aussi en accord avec les données du fournisseur. À noter que le soufre a été particulièrement difficile à doser. Pour les cinq analyses réalisées, le seuil de détection n'a pas été franchi pour quatre d'entre elles, ce qui est synonyme d'un taux de soufre extrêmement faible par rapport au témoin utilisé, c'est-à-dire une teneur nettement inférieure à 0,032% massique.

2. Caractérisations structurales de l'alliage FM52

2.1. Structure de l'alliage FM52

La Figure 3-1 présente les micrographies de l'alliage FM52 sous la forme de fil en coupe transverse et longitudinale par rapport à la direction de laminage. Des structures allongées caractéristiques des procédés de tréfilage/laminage sont observées sur la coupe longitudinale (Figure 3-1 a). Après l'attaque électrolytique, quelques particules de TiN se déchaussent et laissent place à un cratère. Ceci est particulièrement visible sur la section transverse (Figure 3-1 b). Ces observations sont similaires à celles réalisées par [3-8].

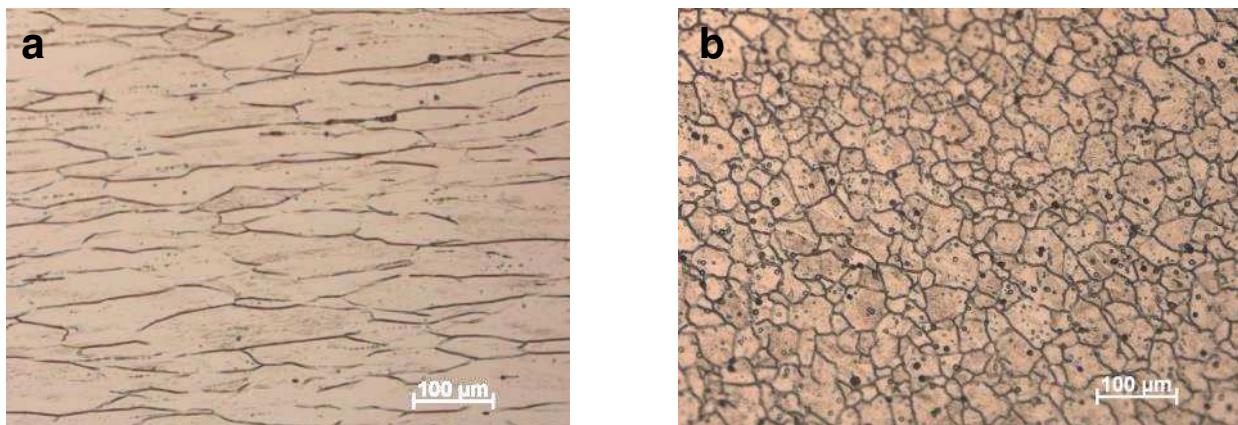


Figure 3-1 : Observation au microscope optique du fil de FM52 attaqué sur une coupe (a) longitudinale et (b) transversale

2.2. Nitrure de Titane

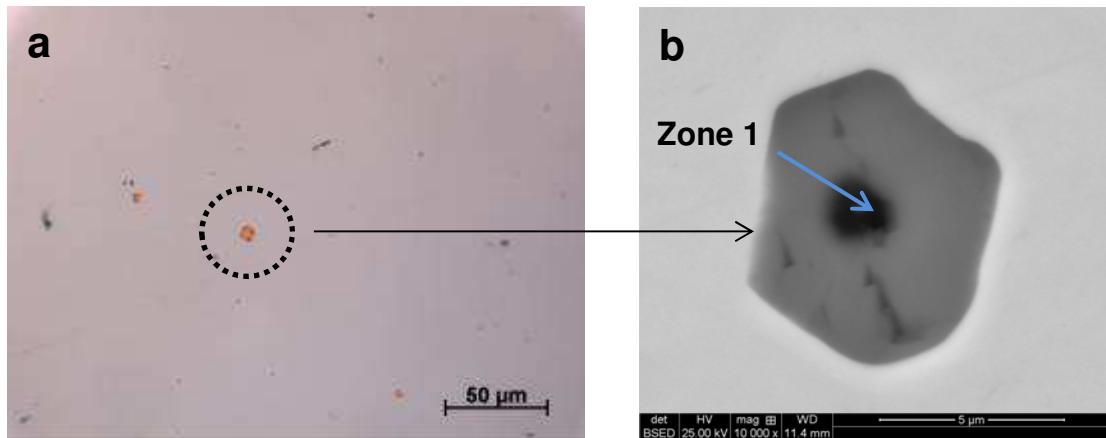


Figure 3-2: Nitrure de titane du fil FM52 observé au microscope optique (a) et au MEB en mode BSE (b)

La Figure 3-2 présente le principal type de précipité rencontré dans l'alliage FM52. La couleur dorée (Figure 3-2a) et sa forme « cubique » (Figure 3-2b) sont caractéristiques des nitrures de titane. La morphologie « noyau-couronne » [3-9] où un oxyde volatil de type AlO-MgO est piégé au cœur du précipité est visible sur la Figure 3-2b. L'analyse EDS réalisée dans la zone 1 (Figure 3-2b) a montré que l'oxyde en question est vraisemblablement de type MgO.

2.3. Diffraction des rayons X

La Figure 3-3 présente les diffractogrammes obtenus pour l'alliage FM52 sous forme de fil et sous forme massive après fusion des fils dans le creuset froid.

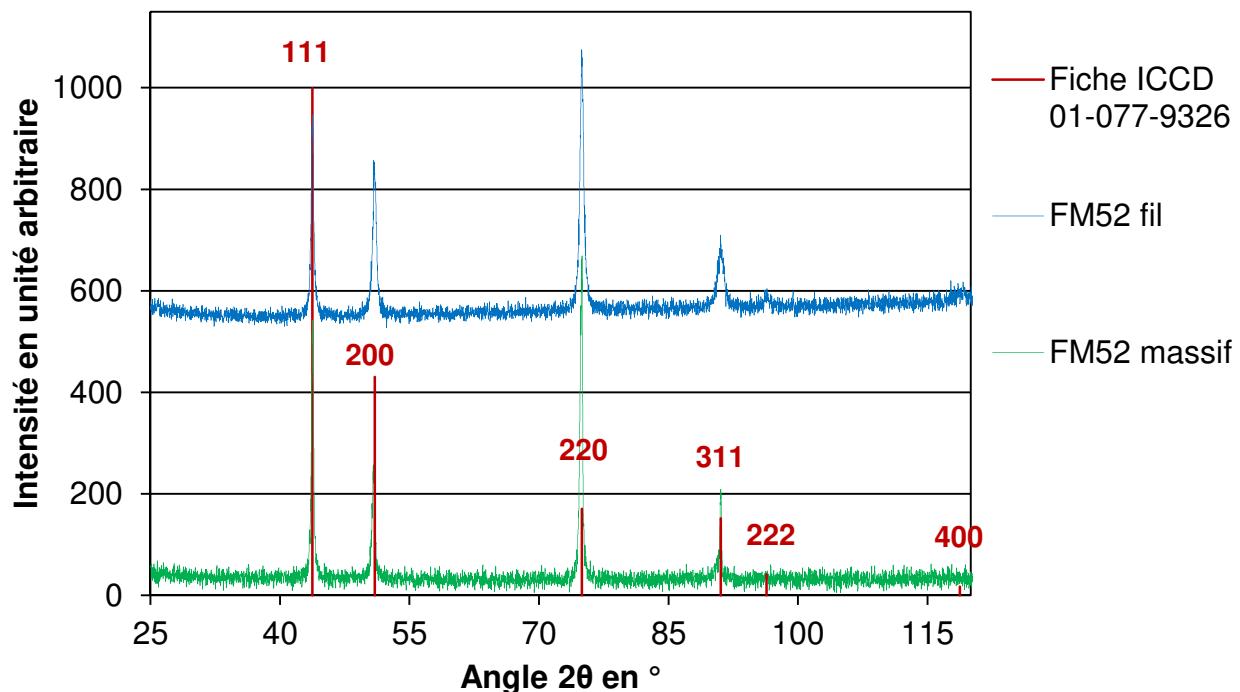


Figure 3-3 : Diffractogrammes obtenus pour l'alliage FM52 sous forme de fils et lingot de sole froide (massif) comparés avec la fiche ICCD 01-077-9326

À la vue des micrographies, l'alliage FM52 semble être 100% monophasé. Pour le confirmer, des caractérisations par diffraction des rayons X ont été menées sur l'alliage FM52 dans deux échantillons : sous forme de fil et sous forme de lingot obtenu après refusion des fils de FM52 dans le creuset froid (« massif », Figure 3-3). Les diffractogrammes obtenus sont présentés en Figure 3-3.

Après analyse des différents diffractogrammes avec le logiciel EVA, la phase identifiée est une phase austénitique de nickel de maille cubique à faces centrées de groupe d'espace Fm-3m correspondant à la fiche ICCD 01-077-9326 (Figure 3-3). Le paramètre de maille est de 0,358 nm. Les carbures sont trop peu nombreux pour être détectés par la diffraction des rayons X. Il en est de même pour les nitrures de titane.

3. Analyse thermique différentielle (ATD)

Dans ce paragraphe, l'objectif est de déterminer l'intervalle de solidification de l'alliage FM52. Les évolutions des deux températures caractéristiques (solidus et liquidus) de l'alliage FM52 sous forme de fil en fonction de la vitesse de montée en température sont données en Figure 3-4.

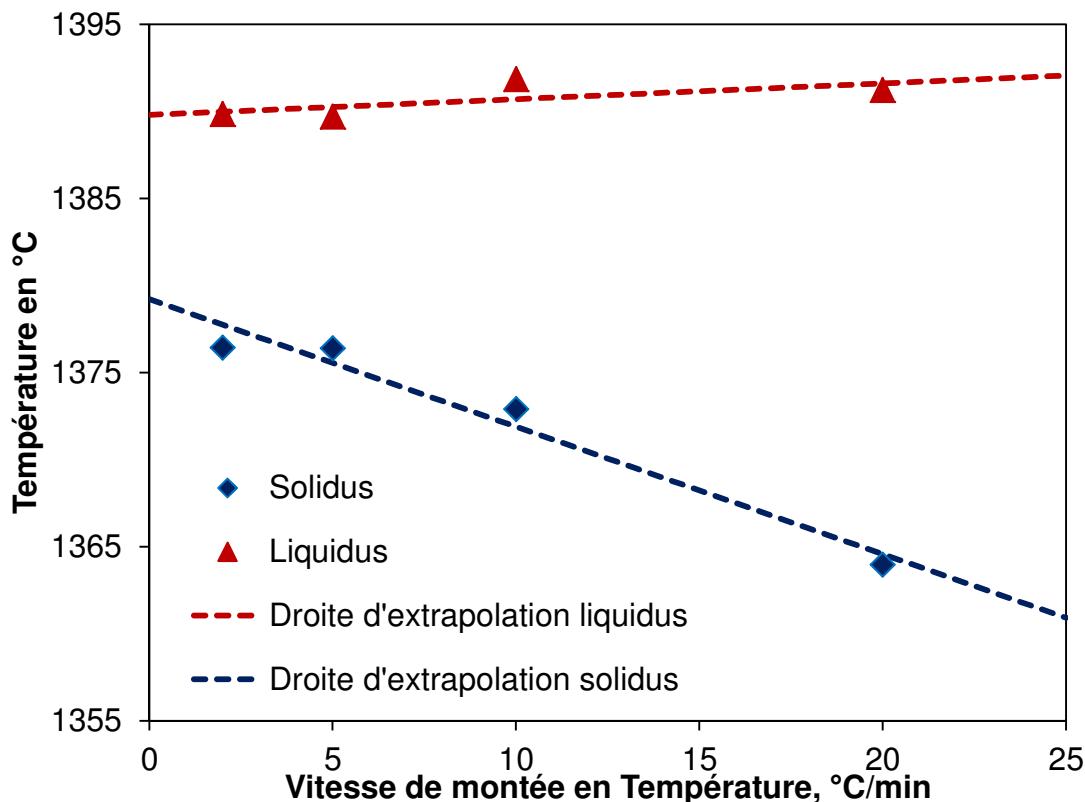


Figure 3-4 : Evolution des températures de solidus et de liquidus en fonction de la vitesse de montée en température et leurs droites d'interpolation respectives pour la fusion des fils de FM52

Le Tableau 3-3 donne les équations des droites d'interpolation présentées en Figure 3-4.

Tableau 3-3 : Equation des droites d'interpolation de la température de liquidus et solidus (T) en fonction de la vitesse de montée en température v pour l'alliage FM52

	Solidus	Liquidus
Equation	$T = -0,7313 * v + 1379$	$T = 0,0905 * v + 1390$

En considérant une vitesse de montée en température nulle (équilibre thermodynamique atteint), les températures de solidus et de liquidus sont respectivement de 1379 et 1390°C, soit un intervalle de solidification de 11°C.

La même démarche a été appliquée pour déterminer l'intervalle de solidification des échantillons massifs élaborés par fusion dans la TSD. L'intervalle de solidification est de 13°C, soit 2 degrés de plus que le cas précédent. L'écart n'est pas significatif puisque la machine a une répétabilité de 3°C. Wu [3-10] trouve un intervalle de solidification de 13°C avec des températures de solidus et liquidus respectivement de 1325 et 1338 °C. Dans les travaux de Baldrey [3-11], l'intervalle de solidification est 11°C pour des températures caractéristiques de 1374°C et 1363°C. Si l'intervalle de température est proche de celui déterminé par ATD dans les travaux évoqués précédemment, les valeurs des températures caractéristiques diffèrent quelque peu, notamment les températures données par [3-10]. Ce grand écart est probablement causé par le fait que, dans cette publication, Wu [3-10] utilise les pics de solidification pour déterminer les températures caractéristiques. Or il est recommandé d'utiliser les pics de fusion du fait des phénomènes de surfusion importants se produisant lors de la solidification en ATD [3-12], [3-13]. Compte tenu de la répétabilité des expériences d'analyse thermique, les températures de liquidus et solidus de [3-11] sont cohérentes avec ce travail.

Les valeurs caractéristiques de l'alliage FM52 retenues sont donc les valeurs déterminées expérimentalement dans cette étude ($T_{sol} = 1379^\circ\text{C}$ et $T_{liq} = 1390^\circ\text{C}$).

II. Expérimentations

1. Expériences de TSD

Pour caractériser la microségrégation dans des conditions de solidification différentes, il convient d'avoir le même type de structure de solidification en TSD et en soudage. Le gradient thermique de la TSD et de soudage étant respectivement de quelques milliers de K/m et de quelques centaines de milliers de K/m [3-14], il est impossible de reproduire les conditions de soudage en TSD. Néanmoins, on a vu que le type de microstructure est contrôlé par le rapport G/V. Ainsi, en adaptant la vitesse et le gradient, on est capable de reproduire les mêmes rapports G/V en soudage par l'intermédiaire de la TSD.

Pour pouvoir effectuer cette opération, le gradient thermique doit être connu, ce qui n'est jamais donné. Cependant, de nombreuses microographies montrant les structures de solidification jalonnent les publications. Le gradient thermique peut donc être approximé par méthode inverse. Connaissant la valeur de λ_1 , on peut donner un ordre de grandeur du gradient en utilisant les équations de λ_1 et du rayon de la pointe R présentées au chapitre 1. En faisant l'hypothèse que la vitesse de croissance des structures présentées correspond à celle du soudage, que l'alliage FM52

est un binaire nickel chrome avec un coefficient de partage proche de 1 [3-15], que le coefficient D' est d'environ 10^{-9} m²/s, que Γ est égal à 10^{-7} K/m [3-16] et que la valeur de $\Delta T'$ correspond à l'intervalle de solidification de l'alliage, le calcul du rayon de la pointe peut être effectué, et, en injectant ce résultat dans l'expression de λ_1 , le gradient est estimé.

Pour correspondre aux paramètres G/V déterminés par l'analyse des microstructures de diverses publications, la vitesse de tirage est adaptée au gradient thermique connu de la TSD. Les premiers essais, dont les paramètres sont déterminés par la méthode précédemment décrite, sont destinés à l'analyse de la microségrégation (Tableau 3-4). Le dernier essai de TSD a été déterminé à partir de la mesure des espacements dendritiques primaires sur la ligne de soudage A600vsFM52.

Les autres essais (Tableau 3-5) servent à compléter les données pour déterminer des lois d'évolutions de paramètres de structures de solidification en fonction du couple GV.

Tableau 3-4 : Paramètres des essais de TSD réalisés pour les analyses de la microségrégation

Nombre d'essais réalisés	Gradient (K/m)	Vitesse (mm/s)	Rapport G/V (K.s/m ²)	Distance de tirage (cm)	Produit G*V (K/s)	Publication correspondante
4	5300	0,09	$5,89 \cdot 10^7$	4	0,477	[3-17]
3	5300	0,03	$1,77 \cdot 10^8$	4	0,16	[3-18]
2	3000	0,013	$2,31 \cdot 10^8$	6	0,039	A600vsFM52

Tableau 3-5 : Paramètres des essais de TSD complémentaires

Nombre d'essais réalisés	Gradient (K/m)	Vitesse (mm/s)	Rapport G/V (K.s/m ²)	Produit G*V (K/s)	Distance de tirage (cm)
1	5300	0,013	$4,08 \cdot 10^8$	0,069	6
1	3000	0,09	$3,33 \cdot 10^7$	0,27	6
1	3000	0,03	$1,1 \cdot 10^8$	0,09	6

2. Soudage

Dans le cas du soudage, la microségrégation est caractérisée sur une coupe transverse de la maquette étagée sur le cordon simple passe. Les différents paramètres sont résumés dans le Tableau 3-6. Ici, le gradient est estimé à l'aide de la thermique issue de SYSWELD.

Tableau 3-6 : Paramètres de l'expérience de soudage utilisés pour la caractérisation de la microségrégation

Essai	Gradient thermique (K/m)	Vitesse de soudage (mm/s)	Rapport G/V (K.s/m ²)	Produit G*V (K/s)
Soudage sur la maquette étagée 1 passe	≈ 300000	1,66	$1,81 \cdot 10^8$	498

III. Microstructures et microségrégation

1. Microstructures

1.1. TSD

La TSD permet une étude complète de la solidification des alliages métalliques. Elle permet de caractériser la croissance dendritique (espacement primaire et secondaire) en fonction des paramètres de solidification. Elle peut également fournir des données sur la perméabilité de la zone pâteuse et suivre la température à la pointe des dendrites par introduction d'un thermocouple dans l'échantillon. Enfin, comme on l'a vu au chapitre 2, la réalisation de coupes transverses dans le barreau de TSD permet d'obtenir une carte des hétérogénéités chimiques à une température constante, d'où son utilisation pour caractériser la microségrégation.

Comme on l'a vu dans la section précédente, l'alliage utilisé ici a un intervalle de solidification de 11°C , ce qui est très faible. Dans les conditions de solidification utilisées dans ce travail (Tableau 3-4 et Tableau 3-5), la largeur de la zone pâteuse est de 1,5 et 3 mm respectivement pour $G = 5,3 \text{ K/mm}$ et 3 K/mm . De ce fait, il est difficile de réaliser des découpes avec précision dans la zone pâteuse, d'autant plus que l'épaisseur de la lame de micro tronçonneuse est de 600 microns, soit environ 25% de la largeur de la zone pâteuse. Dans ce travail, les essais de TSD se limitent donc à l'étude des microstructures de solidification et à la caractérisation de la microségrégation.

Plusieurs microographies de la zone pâteuse sont réalisées sur les différents essais de TSD. Quelques microographies présentant des coupes longitudinales des échantillons de TSD sont montrées en Figure 3-5. La colonne de gauche et la colonne de droite montrent respectivement les microstructures obtenues à $G = 3$ et $5,3 \text{ K/mm}$. Comme mentionné sur la Figure 3-5a, le front de solidification est bien visible sur toutes les expériences de TSD (Figure 3-5a, b, c, d, e et f), et les dendrites croissent parallèlement au gradient thermique. On observe bien la diminution de la taille des structures lorsque la vitesse de solidification augmente pour un gradient donné (Figure 3-5, colonne gauche et droite).

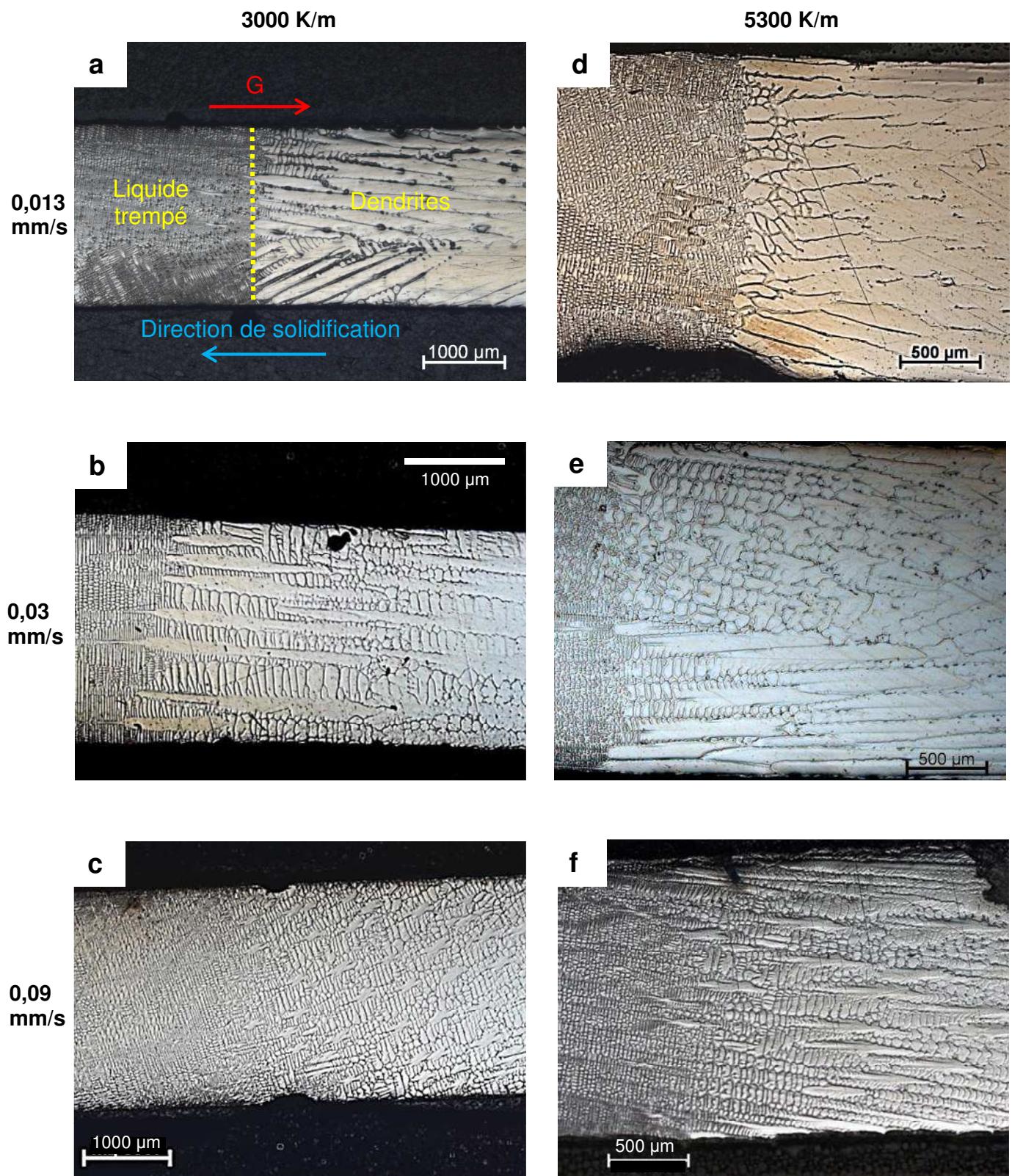


Figure 3-5: Microographies des zones pâteuses de plusieurs échantillons de TSD après attaque électrolytique, (a) $v = 0,013 \text{ mm/s}$ et $G = 3000 \text{ K/m}$, (b) $v = 0,03 \text{ mm/s}$ et $G = 3000 \text{ K/m}$, (c) $v=0,09 \text{ mm/s}$ et $G = 3000 \text{ K/m}$, (d) $v = 0,013 \text{ mm/s}$ et $G = 5300 \text{ K/m}$, (e) TSD pour $v = 0,03 \text{ mm/s}$ et $G = 5300 \text{ K/m}$, (f) TSD pour $v = 0,09 \text{ mm/s}$ et $G = 5300 \text{ K/m}$

La Figure 3-5 est complétée par la Figure 3-6 où sont présentées des coupes transverses de ces mêmes échantillons de TSD. Les microstructures de la Figure 3-6a et de la Figure 3-6b sont obtenues avec la même vitesse ($v = 0,013 \text{ mm/s}$) mais pour deux gradients différents. Les structures

les plus fines sont obtenues avec le gradient le plus élevé (Figure 3-6b). La même démarche a été appliquée pour comparer la Figure 3-6c et la Figure 3-6d pour une vitesse de tirage de 0,09 mm/s.

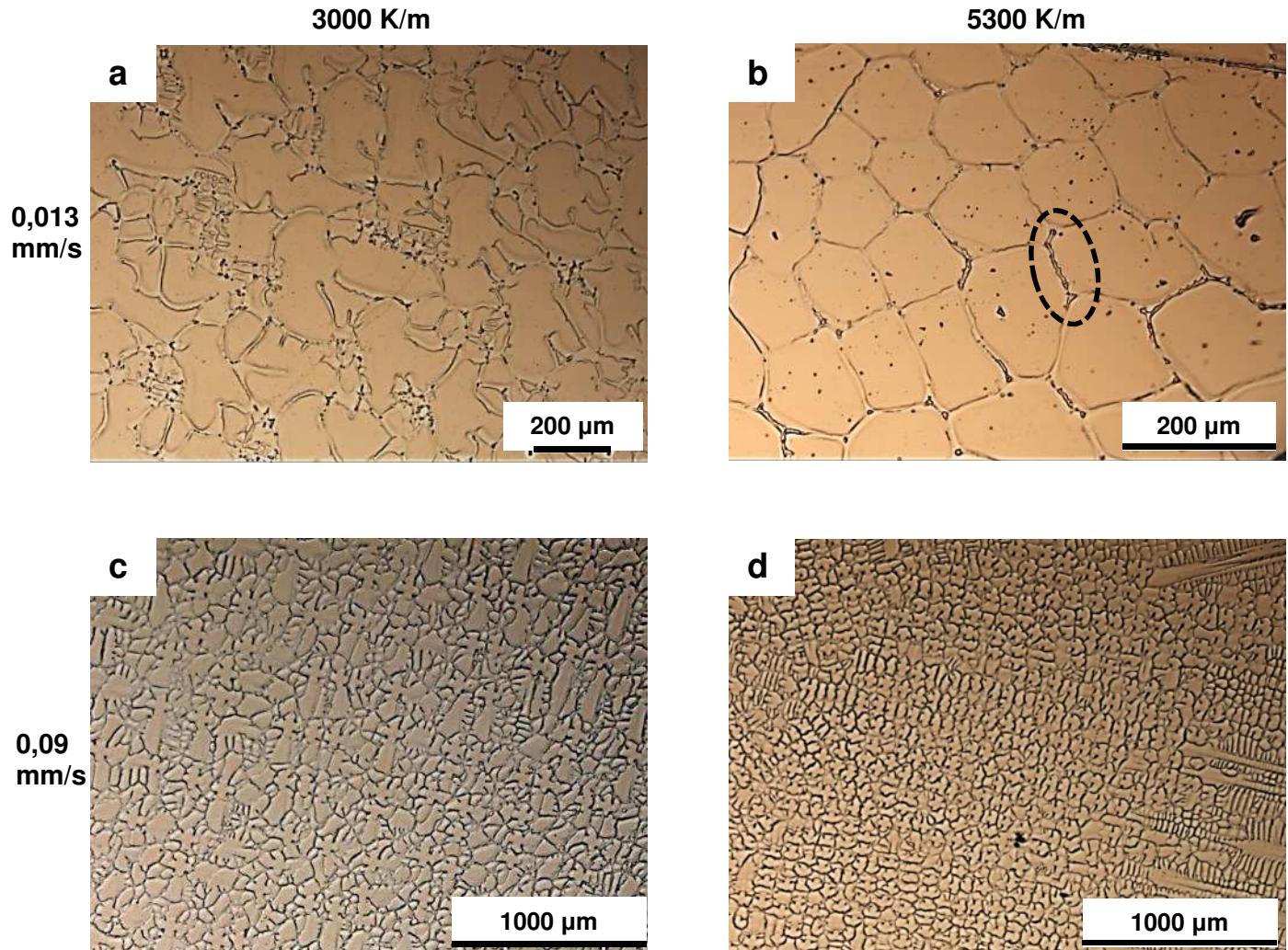


Figure 3-6 : Coupes transverses sur les essais de TSD pour (a) $v = 0,013 \text{ mm/s}$ et $G = 3000 \text{ K/mm}$, (b) $v = 0,013 \text{ mm/s}$ et $G = 5300 \text{ K/m}$, (c) $v = 0,09 \text{ mm/s}$ et $G = 3000 \text{ K/m}$, (d) $v = 0,09 \text{ mm/s}$ et $G = 5300 \text{ K/m}$

La micrographie présentée en Figure 3-6b présente des structures que l'on pourrait qualifier de cellulaires. Pourtant, il ne fait aucun doute que la morphologie de croissance est toujours dendritique quelles que soient les conditions de solidification si l'on s'en réfère à la Figure 3-5. Pour les faibles vitesses de tirage, l'aspect dendritique est de moins en moins marqué (Figure 3-5a et Figure 3-5d) plus on s'éloigne du front de solidification. La position de la coupe par rapport au front de solidification est de 80 microns pour la Figure 3-6a et de 1,45 mm pour la Figure 3-6b, d'où cet aspect cellulaire.

Les tailles des microstructures obtenues en TSD varient entre 96 et 223 μm pour les λ_1 et entre 30 et 62 μm pour les λ_2 respectivement pour les essais $G = 5,3 \text{ K/mm}$, $v = 0,09 \text{ mm/s}$ et $G = 3 \text{ K/mm}$, $v = 0,03 \text{ mm/s}$.

La présence d'une phase inter-dendritique est mise en évidence sur la Figure 3-6b (cercle pointillé noir). Cette région inter dendritique sera analysée dans la suite pour définir la stratégie de tri des données issues des analyses microsonde.

1.2. Soudage : maquette étagée 1 passe

La Figure 3-7 a présente une coupe transverse du cordon 1 passe de la maquette étagée. La Figure 3-7 b présente une micrographie laissant apparaître les bras secondaires à l'intérieur d'un grain. La structure dendritique est clairement visible, en particulier sur le sommet du cordon présenté en Figure 3-7 c. On observe bien les différences de taille entre les microstructures de solidification de soudage et celles de la TSD.

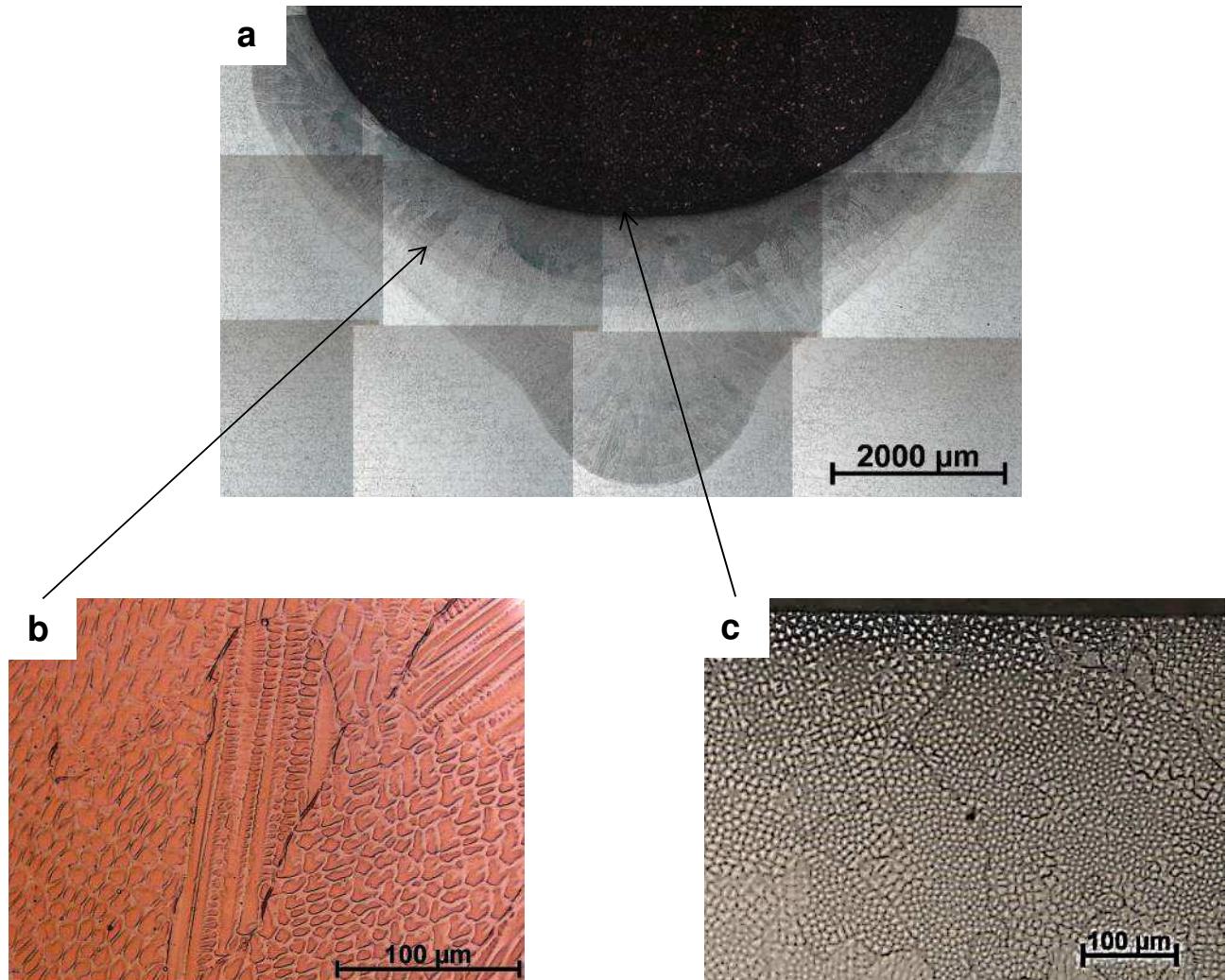


Figure 3-7 : Microstructure en soudage : (a) macrographie du cordon de soudage simple passe de la maquette étagée, (b) milieu de la zone fondu, (c) sommet du cordon

Les microstructures obtenues en soudage sont 10 fois plus fines que celles obtenues pour l'essai de TSD ayant les conditions de solidification les plus rapides. Le Tableau 3-7 donne toutes les valeurs de λ_1 et λ_2 mesurées dans ce travail. La taille des structures est mesurée par la méthode des intercepts. Les espacements primaires étant mesurés sur les coupes transverses, nous avons accès à un nombre de bras important. Ici, le nombre minimum de bras considéré pour la mesure est de 40. Les coupes longitudinales donnent un nombre de bras secondaires aléatoire, d'où l'absence de barres d'erreur pour certains échantillons (Tableau 3-7). L'erreur donnée dans le Tableau 3-7 est l'écart type des mesures.

Tableau 3-7 : Mesures des microstructures de solidification pour les différentes expériences de solidification

Type d'essai	V en mm/s	G en K/m	λ_1 en micron	λ_2 en micron	
TSD, essai 1	0,013	3000	x	49	
TSD, essai 2			203 (+/- 11)	43 (+/- 6)	
TSD, essai 1			223 (+/- 53)	62 (+/- 15)	
TSD, essai 1			183 (+/- 25)	45 (+/- 9)	
TSD, essai 1	0,013	5300	107 (+/- 9)	54 (+/- 2)	
TSD, essai 2	0,03		126 (+/- 4)	39 (+/- 8)	
TSD, essai 3			102 (+/- 12)	41 (+/- 2)	
TSD, essai 4			98 (+/- 13)	36 (+/- 2)	
TSD, essai 1	0,09	5300	x	57 (+/- 8)	
TSD, essai 2			96 (+/- 14)	49 (+/- 6)	
TSD, essai 3			89 (+/- 17)	30 (+/- 7)	
Maquette étagée	1,66	$\approx 300\ 000$	11 (+/- 1)	3,6 (+/- 0,2)	

1.3. Synthèse des résultats

La Figure 3-8 et la Figure 3-9 montrent l'évolution de λ_1 et λ_2 en fonction du gradient thermique et de la vitesse de croissance conformément aux lois présentées dans le chapitre 1.

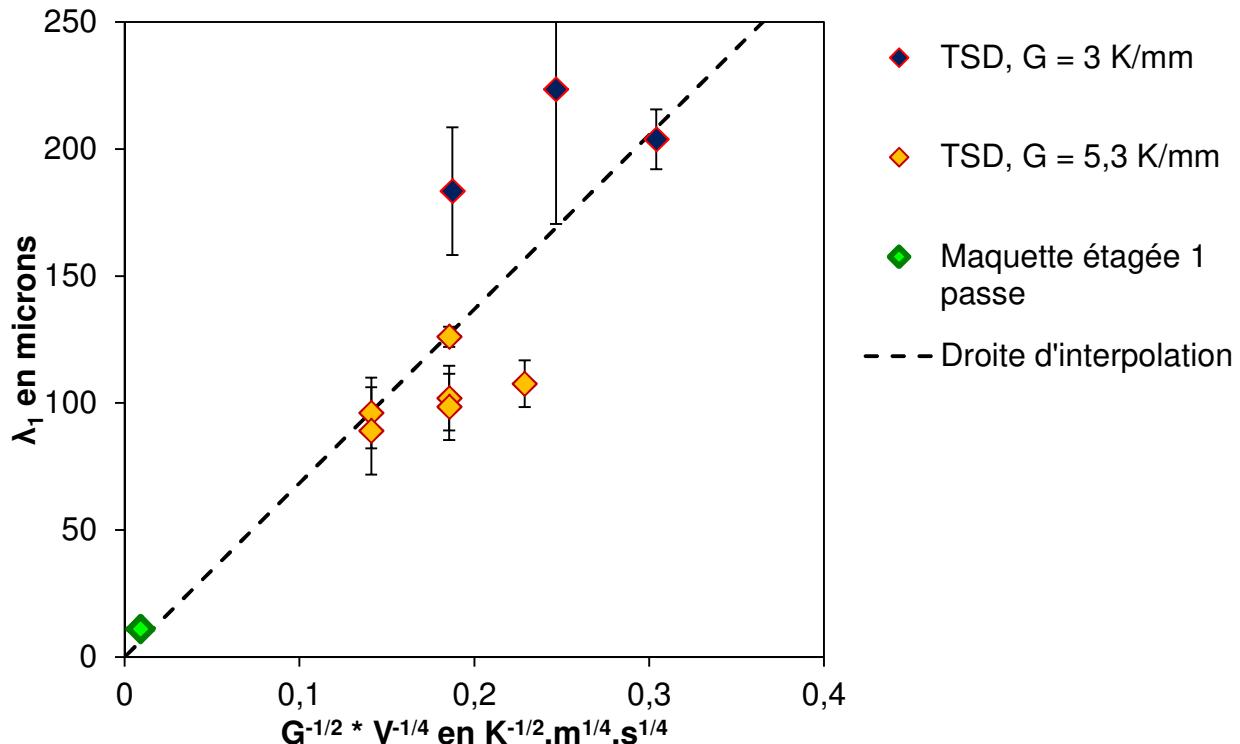


Figure 3-8 : Evolution des bras primaires λ_1 en fonction du produit $G^{-1/2} \cdot V^{-1/4}$ obtenu par les essais de TSD et de la maquette étagée 1 passe

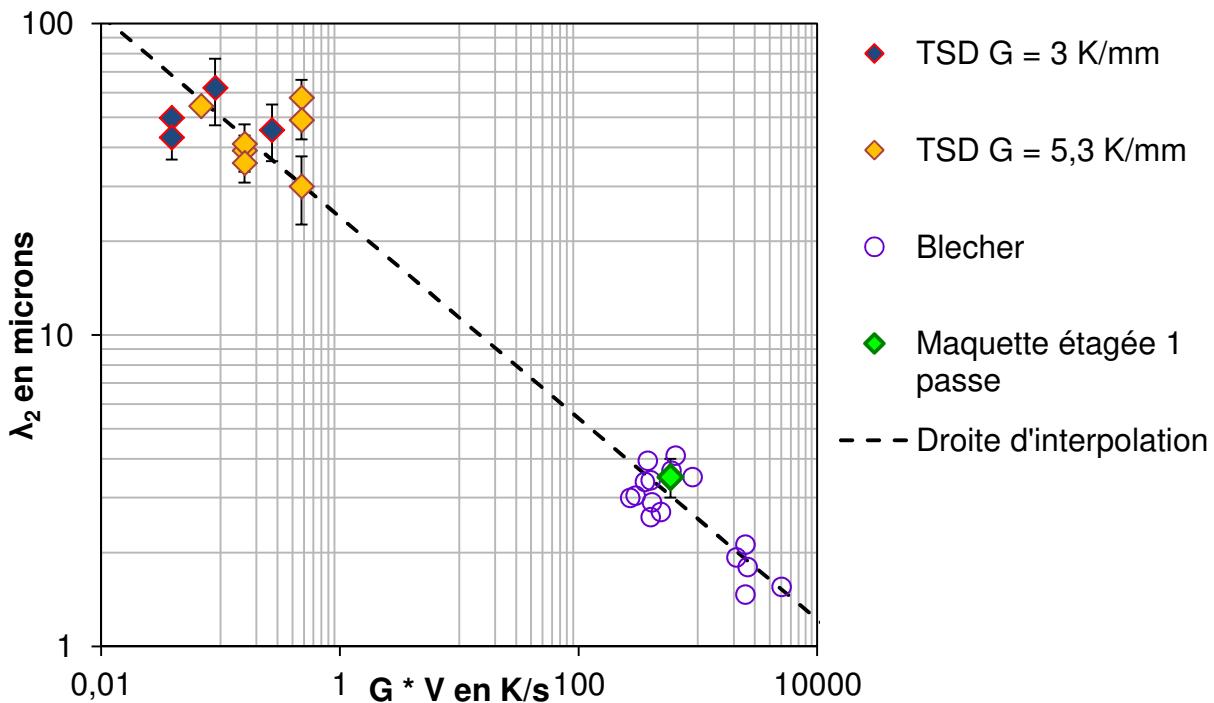


Figure 3-9 : Evolution des espacements dendritiques secondaires pour l'alliage FM52 en fonction de la vitesse de refroidissement en K/s pour la TSD, le soudage sur la maquette étagée et les mesures de Blecher et al [3-19]

Les équations des deux droites d'interpolation sont données par les équations (3-1) et (3-2) respectivement pour λ_1 et λ_2 . La loi d'évolution des λ_2 est comparée à la loi déterminée par Blecher et al [3-19] définie par l'équation (3-3). La démarche est la même que celle proposée par [3-20], où une loi de λ_2 est définie en utilisant à la fois des essais de TSD et des essais de soudage.

$$\lambda_1 = 684,69 * G^{-\frac{1}{2}} * V^{-\frac{1}{4}} \text{ en micron} \quad (3-1)$$

$$\lambda_2 = 23,92 * (G * V)^{-0,323} \text{ en micron} \quad (3-2)$$

$$\lambda_2 = 17,9 * (G * V)^{-0,29} \text{ en micron (Blecher)} \quad (3-3)$$

Les deux lois de λ_2 sont très proches même si les essais de TSD ont légèrement été corrigés l'expression de Blecher. On retrouve bien la loi présentée au chapitre 1 de type $\lambda_2 = A * (G * V)^{-n}$ où A est une constante qui dépend de l'alliage et n une constante proche de 1/3.

2. Résultats de microségrégation

2.1. Dosage à la microonde

2.1.1. Choix de l'élément de tri

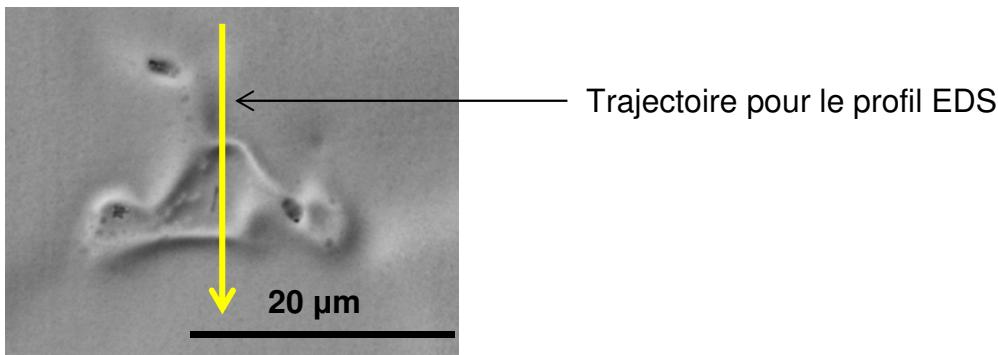
L'évaluation de la microségrégation s'effectue à l'aide de la microonde de Castaing sur des coupes transverses réalisées dans la zone pâteuse des barreaux de TSD. Ainsi, la microségrégation est caractérisée à une température donnée pour une fraction de solide donnée. La méthode d'échantillonnage est basée sur les recommandations de [3-21]. L'analyse est effectuée sur une grille régulière avec un pas d'analyse choisi égal à 100 microns dans tous les cas. De cette façon, le

paramètre d'échantillonnage r défini par $r = \frac{pas}{\lambda_1}$ est toujours inférieur ou égal à 10. La grille d'analyse comporte 196 points d'analyse, ce qui correspond à une surface analysée de 1,96 mm².

Une fois les données collectées, elles sont triées pour reconstruire le profil de microségrégation. En connaissant le sens de ségrégation d'un élément, toutes les teneurs peuvent être classées à partir de l'évolution de la composition de cet élément, dit élément de tri. Les profils de microségrégation de tous les éléments peuvent alors être reconstruits.

Dans ce travail, tous les profils sont normalisés par rapport à la composition moyenne de l'élément relevée sur la zone analysée. La grandeur de l'axe des ordonnées des graphiques illustrant les profils de microségrégation est donc la composition normalisée par rapport à la moyenne de l'élément considéré. **Pour plus de clarté, le nom de l'axe des ordonnées a été retiré des figures.** La normalisation permet de comparer des profils réalisés sur différents échantillons. Cette opération suppose que les coefficients de partage sont constants malgré les variations de composition d'un échantillon à l'autre. Ceci revient à supposer que les pentes de liquidus et de solidus sont des droites. Etant donné que les expériences de TSD mettent en jeu le même alliage (alliage FM52), cette hypothèse est considérée comme satisfaites.

L'élément de tri doit être aisément mesurable et avoir un coefficient de partage éloigné de l'unité. Ainsi, le sens de ségrégation sera immédiatement identifié. La dernière condition est d'avoir un élément dont le pourcentage est suffisamment important pour garantir la validité du tri [3-22]. Pour déterminer cet élément, un profil EDS est réalisé sur la phase inter-dendritique présentée en Figure 3-10. Un profil de concentration est mesuré sur cette phase et est présenté sur la Figure 3-11.



La Figure 3-11 montre que le titane a une forte tendance à enrichir le liquide pendant la solidification, ce qui est en accord avec [3-15]. La composition massique moyenne du titane de l'alliage FM52 est de 0,52%. Pourtant, celle-ci atteint un maximum de 5% sur le profil de la Figure 3-11. Les autres éléments ne présentent pas de telles différences de concentration. Le chrome varie entre 28 et 31%, le fer oscille entre 10 et 7% et le gradient de concentration n'est pas détectable par EDS dans le cas de l'aluminium.

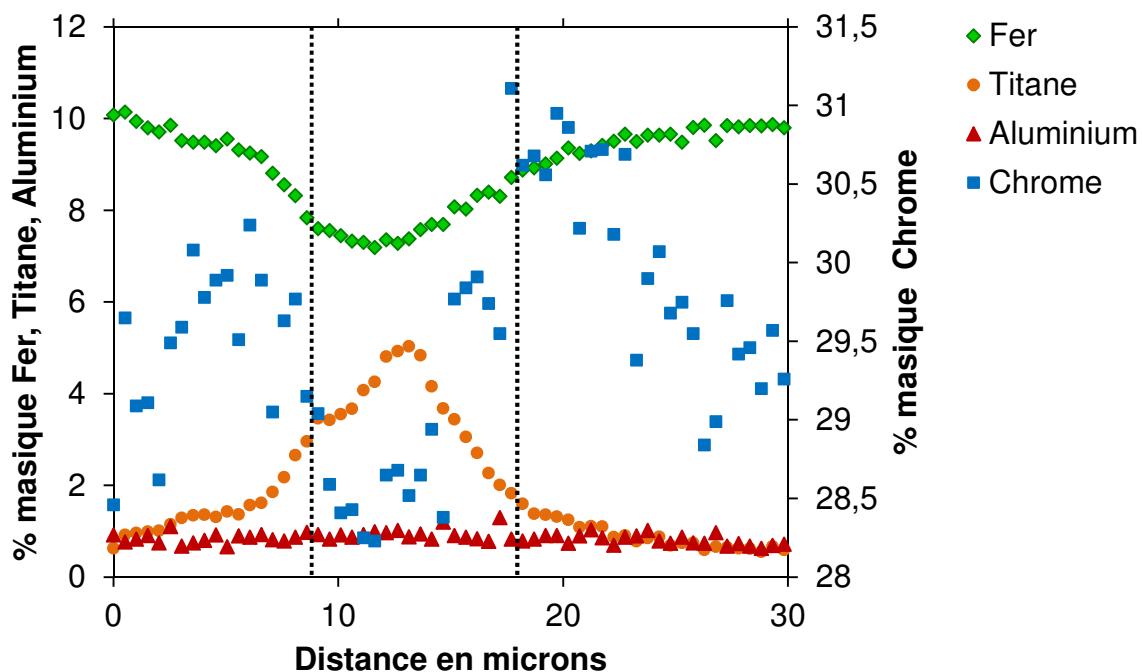


Figure 3-11 : Profils de concentration réalisés à l'EDS (en pourcentage massique) des éléments d'alliage à travers la phase inter-dendritique présentée en Figure 3-10

Le profil du chrome a une allure particulière. Au lieu de présenter un extremum global, comme c'est le cas pour le fer et le titane, il possède trois extrema locaux : deux maximums locaux, respectivement à 6 et 18 microns, et un minimum local à 10 microns. Les pointillés noirs placés sur la Figure 3-11 marquent la position de la phase inter-dendritique présentée en Figure 3-10. Cette phase aurait tendance à rejeter le chrome à sa périphérie, d'où la présence des maximums locaux à 6 et 18 microns. Pour l'alliage FM52, il est envisageable d'identifier cette phase comme étant du TiN. Un phénomène similaire a été observé par [3-23] dans le cas de l'alliage CMSX-10. Pour cet alliage, la faible solubilité du chrome dans la phase γ' $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ entraînerait un enrichissement local en chrome des dendrites d'austénite adjacentes.

Dans ce travail, le choix de l'élément de tri se porte donc sur le titane. Tous les autres éléments sont triés suivant le classement des teneurs en titane établi dans l'ordre croissant (le titane enrichit le liquide pendant la solidification).

2.1.2. Microségrégation en TSD

Comme nous l'avons mentionné précédemment, la zone pâteuse de l'alliage FM52 est de l'ordre de 2 mm dans nos conditions de TSD. Il donc difficile de réaliser une découpe avec une fraction de liquide significative. Néanmoins, ceci a été réalisé sur l'essai de TSD pour $\text{GV} = 0,039 \text{ K/s}$. La micrographie correspondante est donnée en Figure 3-12 où les poches de liquide trempé sont clairement visibles. Sur la région analysée, la fraction de solide est évaluée à 80% environ.

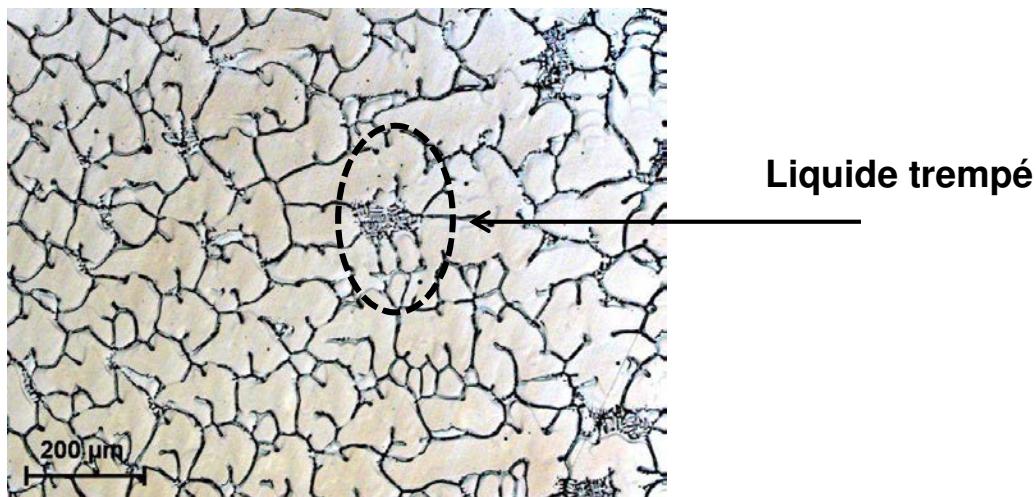


Figure 3-12 : Micrographie de la coupe transverse de l'échantillon de TSD pour $GV = 0,039 \text{ K/s}$

La Figure 3-13 compare les profils de microségrégation obtenus pour les coupes transverses des essais de TSD réalisés avec les vitesses de refroidissement GV de $0,039 \text{ K/s}$ et $0,16 \text{ K/s}$ respectivement pour une fraction solide de $0,8$ et 1 . Sont présents sur la Figure 3-13, les résultats obtenus pour les éléments d'addition de l'alliage FM52 dont la composition massique est supérieure à $0,1\%$. Les éléments en question sont donc le chrome, le fer, le titane, l'aluminium, le manganèse et le silicium. Ces profils présentent l'évolution de la concentration massique normalisée des éléments en fonction de la fraction solide.

La première information des différents graphiques de la Figure 3-13 est que tous les éléments ont un coefficient de partage inférieur à 1 à l'exception du fer. Les sens des ségrégations mis en évidence sont comparables avec ceux observées pour d'autres alliages de nickel. Le chrome, le titane et l'aluminium [3-24], [3-23] ségrègent dans le liquide. À l'opposé, le fer ségrége dans le solide, comme ce qui est observé par [3-15] lors du dosage à l'EDS du cœur des dendrites et de la région inter-dendritique.

La solidification rapide engendrée par la trempe est visible sur tous les profils de l'essai $GV = 0,039 \text{ K/s}$ (Figure 3-13). Lors de la trempe, la solidification se produit dans des conditions proches du modèle de Scheil, d'où le décrochement des profils à partir de $0,8$ de fraction solide.

En augmentant la vitesse de solidification, la surfusion augmente également, ce qui induit que la composition du premier solide formé ($fs = 0$) augmente si le coefficient de partage de l'élément est inférieur à 1 (ou diminue si celui-ci est supérieur à l'unité). Malgré les petites surfusions rencontrées en TSD pour l'alliage FM52, les mesures réalisées à la sonde permettent de le mettre en évidence. La composition du premier solide de l'essai à $GV = 0,039 \text{ K/s}$ est bien inférieure à celle de l'essai $GV = 0,16 \text{ K/s}$ pour les coefficients de partage inférieurs à 1 (et supérieur à 1 dans le cas du fer).

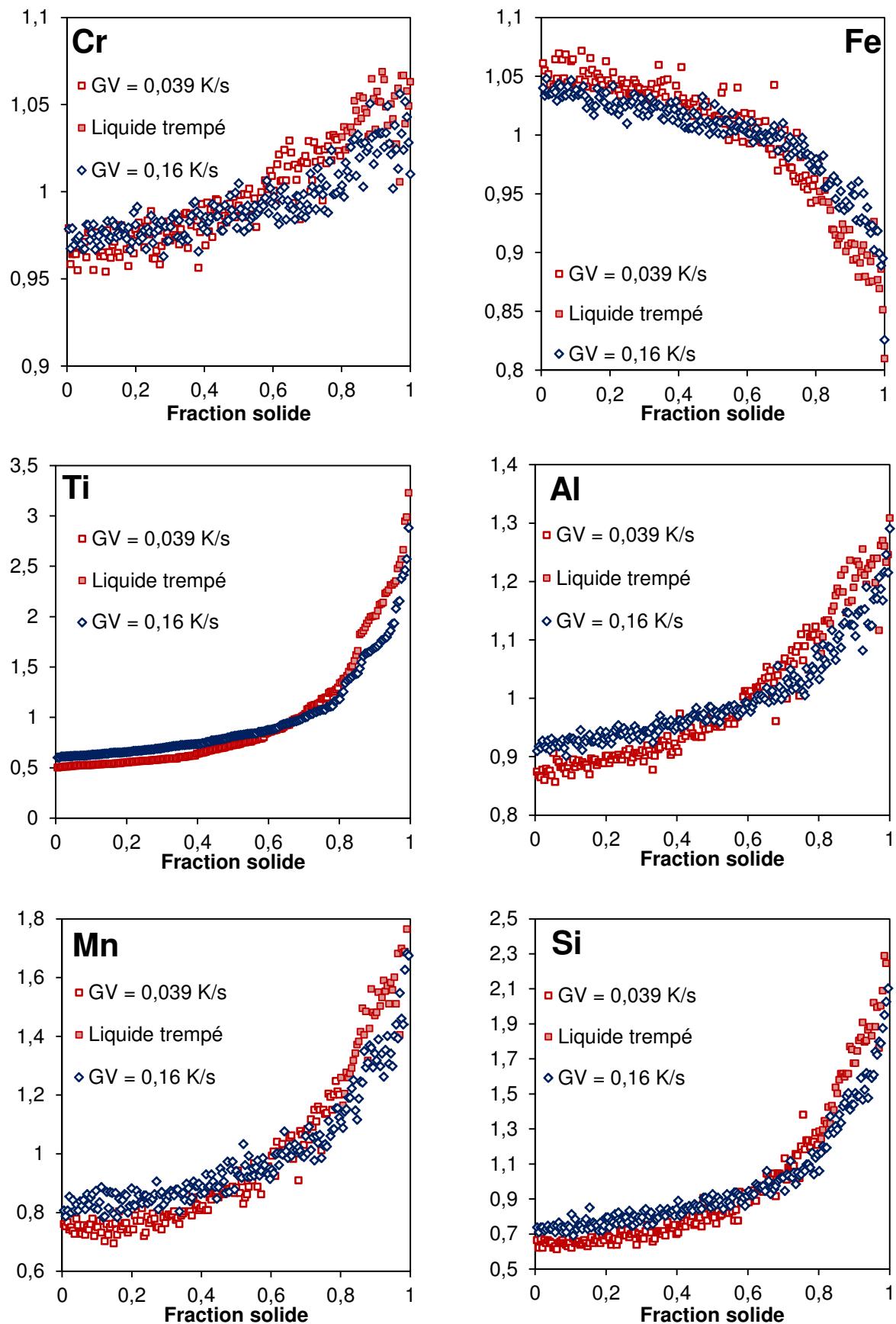


Figure 3-13 : Profils de microségrégation en concentrations massiques normalisées des éléments des échantillons de TSD : GV = 0,16 et GV = 0,039 K/s pour tous les éléments dosés

2.1.3. Comparaison TSD et soudage

Les teneurs massiques en éléments d'alliage diffèrent quelque peu entre la maquette étagée et les échantillons de TSD. La normalisation des dosages permet ici de comparer les profils des deux expériences. Même si les alliages A690 et FM52 sont deux alliages distincts, leur composition est similaire. Les profils normalisés de l'expérience de soudage peuvent donc être comparés avec ceux de la TSD. La Figure 3-14 compare les profils de microségrégation de l'échantillon de TSD à GV = 0,477 K/s (pour une fraction de solide de 1) et la maquette étagée.

Les profils de microségrégation pour l'expérience de TSD à GV = 0,477 K/s et pour l'expérience de soudage sont présentés en Figure 3-14 pour le Cr, Fe, Ti et Al. Les profils de microségrégation sont identiques dans les deux cas alors que le produit GV est 1000 fois plus grand en soudage que dans l'expérience de TSD présentée.

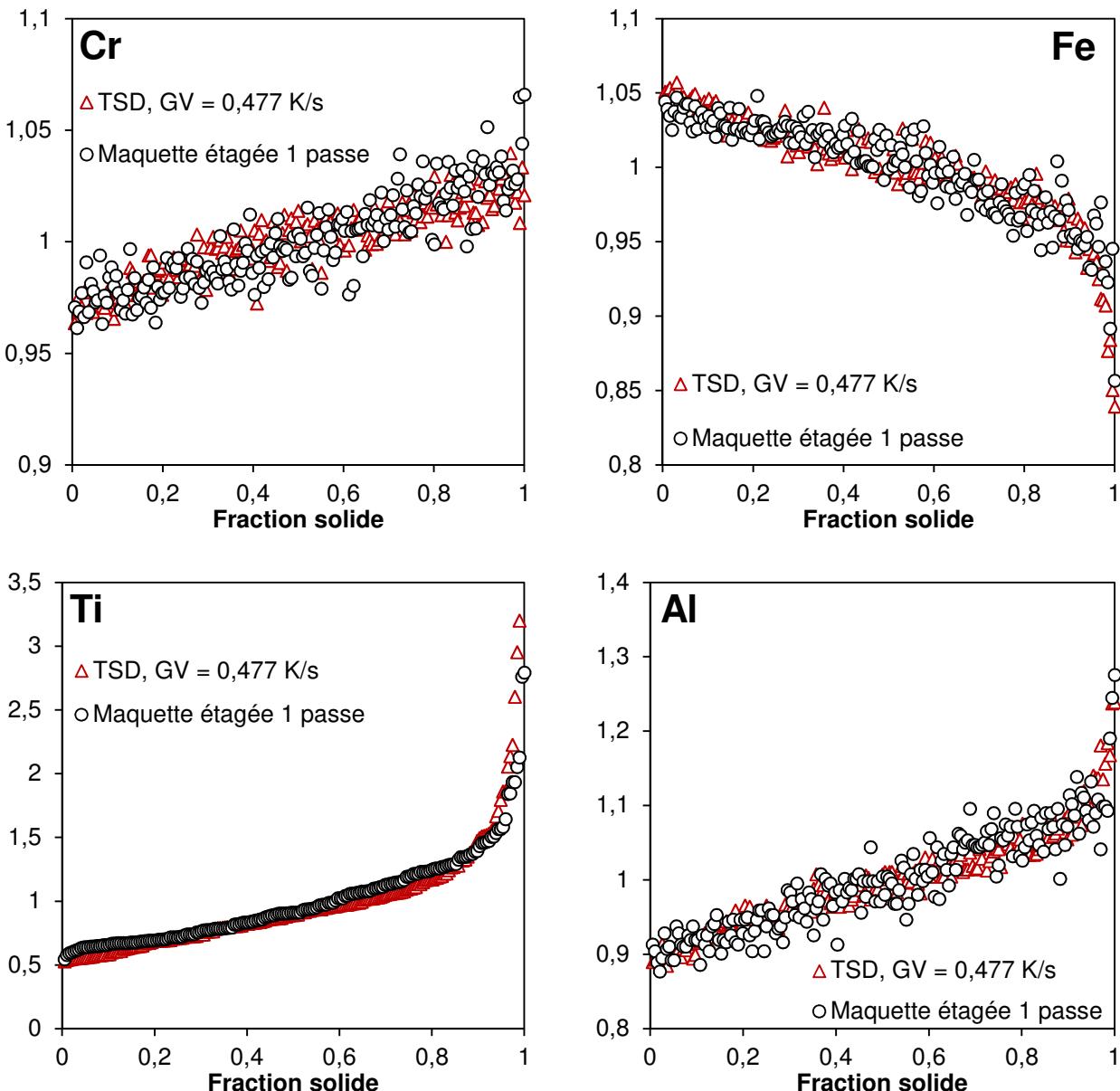


Figure 3-14 : Comparaison des profils de microségrégation en concentrations massiques normalisées entre l'échantillon de TSD tel que GV = 0,477 K/s (triangles rouges) et l'expérience de soudage (cercles noirs)

On a vu au chapitre 1 que le paramètre de rétrodiffusion α' dépend du nombre de Fourier α . Suivant la valeur de α , le profil de microségrégation est proche de loi des Leviers (α élevé) ou du modèle de Scheil (α proche de zéro). Pour les deux expériences présentées, on obtient $\alpha_{TSD} = 0,25$ et $\alpha_{Soudage} = 0,02$. En reprenant le paramètre de rétrodiffusion α' défini par Clyne-Kurz [3-26], il vient $\alpha'_{TSD} = 0,18$ et $\alpha'_{Soudage} = 0,02$. Il était donc attendu que les profils relevés sur l'expérience de TSD soient assez proche de la règle des Leviers et que ceux évalués sur l'expérience de soudage soient proche de la loi de Scheil. Pourtant, ce n'est pas le cas.

2.1.4. Coefficients de partage

Deux méthodes d'estimation du coefficient de partage sont envisagées. Avec le diagramme de phase, le coefficient de partage, noté k_1 dans la suite, est estimé par l'équation (3-4). La TSD offre une seconde possibilité d'estimer le coefficient de partage si la microségrégation est analysée sur une coupe transverse où la fraction de solide est inférieure à 1. Cette méthode conduit au coefficient de partage noté k_2 dans la suite et est défini par l'équation (3-5). L'intérêt de cette seconde méthode est de pouvoir évaluer l'influence de la composition à l'interface et de la température sur le coefficient de partage.

$$k_1 = \frac{\text{Composition du solide pour } f_s = 0}{\text{Composition moyenne}} \quad (3-4)$$

$$k_2 = \frac{\text{Composition du solide au moment de la trempe}}{\text{Composition moyenne du liquide trempé}} \quad (3-5)$$

Les coefficients de partage sont présentés dans le Tableau 3-8. Pour quatre vitesses de refroidissement différentes et deux fractions solides, les valeurs des coefficients de partage ne varient pas de façon significative.

Tableau 3-8 : Coefficients de partage calculés dans les expériences de TSD, de soudage et par Thermocalc

	Type de k	Cr	Fe	Al	Ti	Mn	Si
TSD, GV = 0,477 K/s	k_1	0,96	1,05	0,87	0,5	0,75	0,59
TSD, GV = 0,16 K/s	k_1	0,96	1,07	0,86	0,46	0,73	0,66
TSD, GV = 0,039 K/s	k_1	0,98	1,06	0,87	0,5	0,76	0,66
	k_2	0,98	1,05	0,94	0,62	0,71	0,59
Soudage	k_1	0,97	1,04	0,91	0,54	x	x
Thermocalc pour FM52	k_1	0,93	1,13	0,99	0,41	0,54	0,62
Thermocalc pour le ternaire Ni-29,98Cr-10,06Fe	k_1	0,92	1,11	x	x	x	x

Les expériences sont complétées par des calculs Thermocalc. On note le faible effet de la composition sur la valeur des coefficients de partage des éléments majoritaires. Les données sont similaires entre les calculs effectués pour la composition nominale de l'alliage FM52 et l'alliage ternaire ayant la même composition en chrome et en fer que l'alliage FM52. Les valeurs déterminées expérimentalement diffèrent légèrement des valeurs déterminées par Thermocalc. Dans les calculs Thermocalc, il n'y a pas de prise en compte de la surfusion, ce qui implique que le

premier solide formé a la composition prévue par le diagramme de phase, c'est-à-dire le produit entre la composition nominale et le coefficient de partage. Ces résultats permettent de supposer que l'alliage FM52 se comporte comme l'alliage ternaire présenté dans le Tableau 3-8. Cette hypothèse est reprise dans la suite du chapitre.

2.1.5. Synthèse

Outre les résultats sur les données thermodynamiques, le fait que les profils de microségrégation sont identiques en TSD et en soudage constitue le résultat le plus surprenant. La Figure 3-15 reprend les profils de microségrégation de TSD et de soudage pour les superposer à ceux prévus par les modèles des Leviers et de Scheil [3-25]. Ces modèles sont les plus communs en matière de microségrégation. L'hypothèse du modèle des bras de levier est la diffusion infinie dans le solide et dans le liquide, tandis que celle du modèle de Scheil est la diffusion infinie dans le liquide et aucune diffusion dans le solide.

La différence de composition entre le premier solide des profils issus des dosages et ceux des modèles s'explique par le fait que Thermocalc considère l'équilibre thermodynamique, c'est-à-dire les compositions prévues par le diagramme de phase. Il n'y a donc pas de prise en compte de la surfusion. En revanche, les hypothèses de ces deux modèles n'expliquent pas la similarité des profils obtenus en TSD et en soudage. Plusieurs voies peuvent être suivies pour l'expliquer.

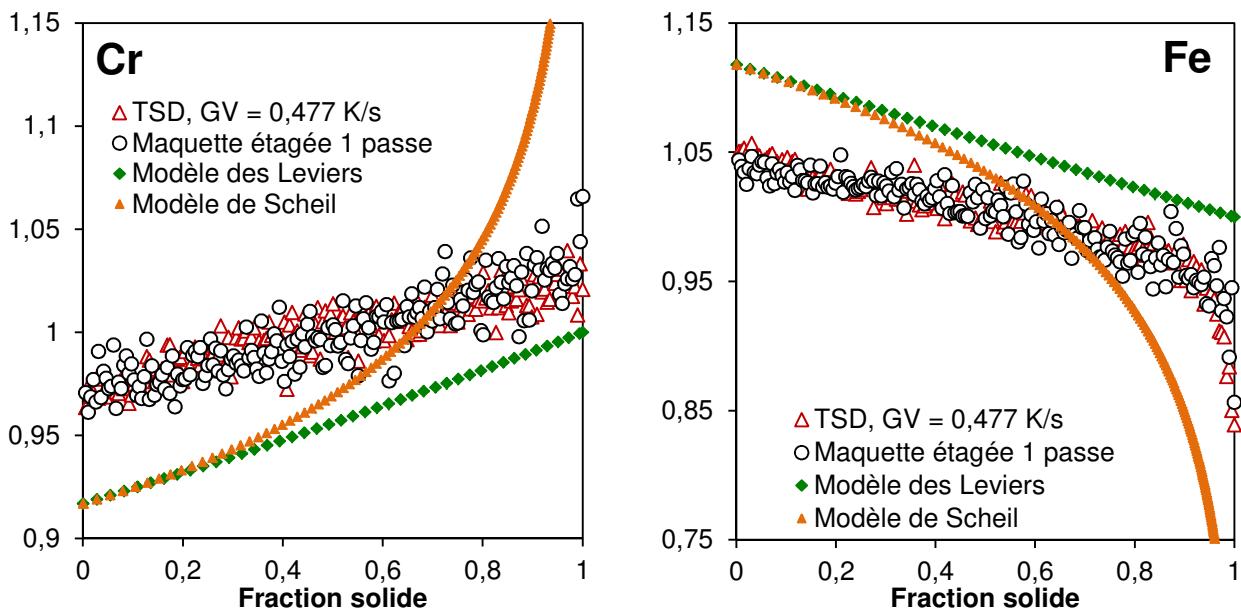


Figure 3-15 : Profils de microségrégation de l'expérience de TSD à GV = 0,477 K/s et de la maquette étagée 1 passe comparés aux règles des Leviers et de Scheil pour les éléments du ternaire Ni-Cr-Fe

Il est d'abord nécessaire de clarifier le rôle de la convection dans le bain fondu sur la surfusion, et, par extension, sur la microségrégation. L'écoulement dans le bain fondu pourrait modifier la surfusion, et donc impacter le profil de microségrégation, spécialement dans le cas du soudage où les vitesses d'écoulement du liquide sont importantes [3-6]. Il convient alors d'élaborer un modèle de microségrégation capable de prendre en compte la surfusion et la convection dans le bain fondu. Dans un second temps, le modèle de microségrégation nouvellement défini est confronté aux différents résultats pour en vérifier la validité, d'abord dans les conditions de TSD (sans convection) puis au soudage (avec une vitesse d'écoulement dans le bain de l'ordre de 0,025 m/s).

Enfin, une attention particulière est portée sur l'effet de la taille des microstructures sur les résultats des dosages réalisés à la microsonde.

IV. Modèle de microségrégation incluant la convection

1. Modèle de microségrégation

Comme il a été montré précédemment, les modèles des bras de Leviers et de Scheil ne sont pas considérés comme totalement réalistes. Beaucoup d'autres modèles de modèles de ségrégation plus élaborés ont vu le jour au fil des années. On peut citer le modèle de Clyne-Kurz (CK) [3-26] et celui de Tong-Beckermann (TB) [3-27]. Le modèle TB est conçu pour traiter les alliages binaires. Dans la suite, il est utilisé pour traiter le ternaire Ni-29,98Cr-10,06Fe en résolvant les équations pour chaque élément d'alliage.

Comparé au modèle de Scheil, le modèle CK prend en considération la diffusion à l'état solide par l'intermédiaire du nombre de Fourier solutal α , défini par :

$$\alpha_i = \frac{4D_i^s t_f}{\lambda_1^2} \quad (3-6)$$

Où D_i^s est le coefficient de diffusion du soluté i dans la phase solide. α est aussi connu comme étant le paramètre de rétrodiffusion. Dans ce travail, l'ordre de grandeur choisi pour D_i^s est de $10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$. Cet ordre de grandeur correspond à ce qui est donné par la base de données des mobilités MOBNi1 de Dictra pour les bases nickel. La même valeur est utilisée dans la thèse de Haithem Ben Hamouda [3-28].

En plus de la diffusion à l'état solide, le modèle TB considère aussi une diffusion limitée dans le liquide, c'est-à-dire qu'une couche limite de diffusion se développe autour de la dendrite dans le liquide. De façon analogue au modèle CK, le modèle TB introduit un nombre de Fourier solutal β pour la diffusion dans le liquide :

$$\beta_i = \frac{4D_i^l t_f}{\lambda_1^2} \quad (3-7)$$

Les couches limites de diffusion entre deux dendrites voisines s'interceptent pour une certaine fraction de solide. Afin de respecter la condition de flux nul au point de rencontre des deux couches limites, le modèle TB introduit un second paramètre adimensionnel nommé β' et défini par :

$$\beta' = \sigma\beta \quad (3-8)$$

Dans cette équation, σ est appelé "tuning constant" par Tong et Beckermann, [3-27]. En terme pratique, cette constante prend en compte la surfusion à la pointe de la dendrite, et modifie la composition du premier solide formé en conséquence. Du point de vue du modèle, ceci revient à modifier la fraction de solide à laquelle les deux couches limites se rencontrent. Ceci provient probablement du fait que, avec la surfusion, la composition du premier solide diffère de $k^*w_i^0$. Il

faut donc réajuster l'épaisseur de la couche limite. Il faut donc veiller à ce que la valeur de β' soit identique pour le fer et le chrome.

L'évolution de la microségrégation durant la solidification est obtenue en résolvant l'équation différentielle (3-9) pour une fraction de solide f_s variant de 0 à 1 :

$$\frac{2\beta'f_s}{k_i}(1-\delta)\frac{dw_i^{s*}}{df_s} = (1+6\alpha)(w_i^0 - w_i^{s*}) + \left(\frac{w_i^{s*}}{k_i} - w_i^0\right)\left(\frac{\delta}{f_s} - 2\beta'(1+6\alpha)(1-\delta)\right) \quad (3-9)$$

où w_i^0 est la composition nominale en pourcentage massique, w_i^{s*} est la composition en pourcentage massique du solide à l'interface à une fraction de solide f_s donnée, k_i est le coefficient de partage de l'élément i et :

$$\delta = \exp\left(-\frac{1-f_s}{2\beta'f_s}\right) \quad (3-10)$$

On notera que (3-9) corrige une faute de frappe dans l'équation (14) publié dans la référence [3-27]. Pour résoudre l'équation (3-9), la composition du premier solide $w_i^s(f_s \rightarrow 0)$ doit être déterminée pour chaque élément. Cette composition correspond à la composition de la pointe de la dendrite au début de la solidification. Ceci permet de prendre la surfusion en considération pour définir la composition du premier solide formé. C'est une amélioration notable des modèles de CK, Levier et Scheil puisque, dans ces derniers, la composition du premier solide est systématiquement donnée par le diagramme de phase et est égale au produit k^*w^0 . Avec les cas limites, le modèle TB correspond au modèle de Scheil ($\beta' \rightarrow \infty$ et $\alpha \rightarrow 0$) et au modèle des Leviers ($\beta' \rightarrow \infty$ et $\alpha \rightarrow \infty$). Une structure sans microségrégation ($w_i^{s*} = w_i^0$) est obtenue si $\beta' \rightarrow 0$.

2. Conséquence de la convection sur la microségrégation

Gabathuler et Weinberg ont montré que le flux de liquide ne pénètre pas dans le squelette dendritique au-delà d'une fraction solide $f_s > 0.3$ [3-29]. De plus, Appolaire et al [3-30] ont montré que le flux de liquide conduit à une augmentation rapide de la fraction solide aux faibles fractions de solide. À forte fraction de solide, le flux est supposé être décrit par la loi de Darcy qui relie la vitesse du fluide au gradient de pression à l'intérieur de la zone pâteuse. En définissant le temps local de convection dans la zone pâteuse par $t_{conv} = 2\lambda_2/U$ où U est la vitesse du fluide dans la zone pâteuse, ce temps peut être comparé au temps local de solidification t_f dans le but de déterminer si le flux de liquide modifie ou non la microségrégation. L'ordre de grandeur de la vitesse U en soudage est de 10^{-2} m/s dans le fond et 10^{-1} m/s en surface du bain d'après les calculs présentés par [3-6]. Dans les résultats présentés dans la suite, la vitesse U est comprise entre 0 et 0,05 m/s.

Dans ce travail, $t_f \gg t_{conv}$ pour toutes les conditions de solidification investiguées. Dans les conditions de solidification de TSD ($v = 0,1$ mm/s et $G = 5300$ K/m) avec $U = 0,05$ m/s, on a $t_f = 19,8$ s et $t_{conv} = 8 \cdot 10^{-4}$ s. Dans les conditions de soudage ($v = 1,4$ mm/s et $G = 300000$ K/m) avec $U = 0,05$ m/s, on a $t_f = 0,024$ s et $t_{conv} = 1,3 \cdot 10^{-4}$ s. Ceci indique que la convection modifie la composition locale du liquide jusqu'à une fraction de solide de environ 0,3. Pour cette étude, il est supposé que la convection n'affecte pas la microségrégation exceptée pour la composition du premier solide formé. Il est difficile de définir l'erreur engendrée par cette hypothèse sur les profils de

microségrégation. Néanmoins, les éléments de l'alliage faisant l'objet de l'étude ont des coefficients de partage très proches de 1. L'erreur induite par cette hypothèse est ainsi limitée.

3. Calcul de la surfusion et de la composition de la pointe

La détermination de la composition de la pointe de la dendrite passe par le calcul de surfusion. Comme vu au chapitre 1, l'expression de la surfusion est donnée par (3-11).

$$\Delta T = \Delta T_R + \Delta T_C \quad (3-11)$$

où ΔT_R est la surfusion générée par l'effet de courbure et ΔT_C est la surfusion chimique. La détermination de la surfusion chimique est effectuée suivant le modèle KGT [3-31]. Le modèle KGT considère la croissance libre d'une dendrite isolée dont la pointe est assimilée à un paraboloïde. La composition nominale du liquide à l'infini est égale à la composition moyenne w_i^0 pour l'élément i. L'autre hypothèse forte de ce modèle est de considérer que les pentes de liquidus sont constantes.

Pour prendre en compte la convection, le modèle dérivé de KGT de Appolaire et al [3-30] est utilisé dans ce travail. Avec la prise en compte du flux de liquide généré par la convection, la sursaturation Ω_i pour chaque élément i $\Omega_i = (w_i^{l*} - w_i^0) / (w_i^{l*} (1 - k_i))$ est fonction de deux nombres de Péclet pour l'élément i (3-12) : le nombre de Péclet solutal $P_i = \frac{RV}{2D_i^l}$ et le nombre de Péclet relatif à la convection $P_{u_i} = \frac{RU}{2D_i^l}$, où U est la vitesse relative du fluide par rapport au solide. Ici, l'écoulement du fluide est opposé à la direction de croissance de la pointe.

$$\Omega_i = \mathcal{F}(P_i, P_{u_i}) \quad (3-12)$$

Dans ce travail, le nombre de Reynolds Re de la pointe défini par $Re = \frac{U * R * \rho_l}{\mu}$ est compris entre 0,75 et 0,01 pour toutes les conditions de convection et de gradient testées. La valeur de Re est toujours inférieure à 1. Même si cet intervalle de nombre de Reynolds englobe quelques valeurs un peu élevées pour considérer l'écoulement comme laminaire, le régime de Stokes sera considéré établi pour tous les rayons de pointe et les vitesses de fluide considérés. La fonction \mathcal{F} est alors définie par l'équation (3-13) [3-32].

$$\mathcal{F}(P_i, P_{u_i}) = 2P_i \int_1^\infty \exp\{-\ln \eta + (1 - \eta^2)P_i - 2P_{u_i}/E_1(Re_t)[1 - \eta^2 + (1 - \eta^2)\ln \eta] - 2\varepsilon P_i \ln \eta\} d\eta \quad (3-13)$$

où η est la coordonnée du paraboloïde (surface de la pointe localisée à $\eta = 1$). $Re_t = (P_i + P_{u_i})/Sc_i$ avec Sc_i le nombre de Schmidt pour l'élément i défini par $Sc_i = v/D_i^l$, v étant la viscosité cinématique du liquide. Le coefficient ε est relatif à la différence de densité entre le liquide et le solide $\varepsilon = (\rho_s/\rho_l) - 1$. Ce terme joue un rôle insignifiant sur la sursaturation, il est donc négligé.

La surfusion chimique est reliée à la composition du liquide à l'interface par l'intermédiaire de l'équation (3-14).

$$\Delta T_c = \sum_i m_i (w_i^0 - w_i^{l*}) \quad (3-14)$$

où m_i est la pente du liquidus pour l'élément i. L'expression finale de la surfusion est donc donnée par l'équation (3-15) :

$$\Delta T = \frac{\Gamma}{R} + \sum_i w_i^0 m_i \left[1 - \frac{1}{1 - (1 - k_i) \mathcal{F}(P_i, P_{u_i})} \right] \quad (3-15)$$

et la valeur associée à la composition du solide à l'interface $w_i^s(f_s \rightarrow 0)$ est donnée par l'équation (3-16).

$$w_i^s(f_s \rightarrow 0) = \frac{k_i w_i^0}{1 - (1 - k_i) \mathcal{F}(P_i, P_{u_i})} \quad (3-16)$$

En couplant les équations (3-8) et (3-16) avec l'équation (3-17), l'expression de σ est établie selon la relation (3-18).

$$w_i^s(f_s \rightarrow 0) = \frac{1 + 2\beta'}{1 + \frac{2\beta'}{k}} * w_i^0 \quad (3-17)$$

$$\sigma_i = \frac{1}{\beta} \left(\frac{1 - \mathcal{F}(P_i, P_{u_i})}{2\mathcal{F}(P_i, P_{u_i})} \right) \quad (3-18)$$

Les valeurs de σ sont égales pour tous les éléments i contenus dans l'alliage. Cette valeur est ensuite utilisée pour déterminer la valeur de β' (équation (3-17)), définissant la condition initiale de l'équation différentielle (3-9). La résolution de (3-9) donne l'évolution du pourcentage massique en soluté à l'interface pour une fraction solide variant de 0 à 1.

4. Impact des conditions de solidification sur la mise en données du modèle

4.1. Données numériques

Le Tableau 3-9 donne la liste de toutes les données utilisées pour le calcul de surfusion de pointe. Le coefficient de Gibbs-Thomson est approximé par l'équation de Magnin et Trivedi [3-33] et les coefficients de diffusion dans le liquide sont évalués par l'équation de Stokes-Einstein : $D^l = \frac{R_{gaz} * T}{6 * \pi * N_A * r_{at} * \mu}$ [3-34] avec N_A le nombre d'Avogadro et r_{at} le rayon atomique de l'élément. La valeur de la chaleur latente est estimée expérimentalement par ATD. La valeur obtenue est proche de celle utilisée par [3-35].

Les grandeurs thermodynamiques sont déterminées à l'aide de Thermocalc. L'alliage FM52 étant considéré comme étant un alliage ternaire nickel-chrome-fer, il convient de choisir les températures caractéristiques données par Thermocalc (pour ce ternaire) pour la mise en données du calcul KGT. Comme vu précédemment, le modèle KGT lisse les pentes de liquidus en considérant

ces dernières comme des droites, ce qui n'est jamais le cas dans les alliages. Du fait de ce lissage, les paramètres tels que les coefficients de partage et les pentes de liquidus doivent être légèrement modifiés pour correspondre à l'intervalle de solidification de l'alliage considéré.

Tableau 3-9 : Grandeurs physiques et thermodynamiques utilisées pour le calcul de surfusion à la pointe des dendrites

Grandeurs physiques	
Coefficient de Gibbs-Thomson (Km)	$\Gamma = 1,82 \cdot 10^{-7}$
Coefficient de diffusion de Fe et de Cr dans le nickel liquide (m^2/s)	$D_l = 1,57 \cdot 10^{-9}$
Capacité thermique du liquide ($J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$) [3-35], [3-36]	$C_{pl} = 700$
Conductivité thermique du liquide ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$) [3-28], [3-35]	$\lambda_l = 30$
Viscosité dynamique du liquide à 1400°C ($N \cdot s \cdot m^{-2}$) [3-37]	$\mu = 0,00483$
Densité du liquide à T_l ($kg \cdot m^{-3}$) [3-37]	$\rho_l = 7160$
Chaleur latente de fusion (J/kg)	$L = 1,3 \cdot 10^5$
Grandeurs thermodynamiques	
Pente de liquidus du Cr ($K \cdot (\%w)^{-1}$)	$m_{Cr} = -2,27$
Pente de liquidus du Fe ($K \cdot (\%w)^{-1}$)	$m_{Fe} = 4,55$
Coefficient de partage du Cr	$k_{Cr} = 0,93$
Coefficient de partage du Fe	$k_{Fe} = 1,11$
Composition en Cr en pourcentage massique	29,98
Composition en Fe en pourcentage massique	10,06
Température fictive de référence en °C [3-31]	1439,5
Température de solidus en °C	1409,4
Température de liquidus en °C	1417,8

La température fictive de référence correspondante est déduite des ajustements précédents par la relation $T_{fictive\ de\ référence} = T_{liquidus\ du\ ternaire} - \sum_{i=Fe\ et\ Cr} m_i * w_i^0$. Dans le cas d'un binaire, cette température correspond à la température de fusion du corps pur. La température de fusion du nickel pur est de 1455°C, ce qui signifie que malgré le lissage des pentes de liquidus, l'approximation reste correcte. On remarque également que l'intervalle de solidification de l'alliage ternaire donnée par Thermocalc est très proche de celui de l'alliage FM52 déterminé en ATD.

4.2. Calcul de surfusion

La Figure 3-16 montre l'évolution de la surfusion en fonction de la vitesse de pointe de la dendrite. La courbe noire ($U = 0 \text{ m/s}$) est la surfusion donnée par le modèle KGT classique. Les courbes bleue et rouge sont issues de calcul de surfusion pour des vitesses de fluide respectivement de $0,025$ et $0,05 \text{ m/s}$. La région analysée pour caractériser la microségrégation en soudage est située au fond du bain. Dans le cas de la TSD, on suppose qu'il n'y a pas de convection.

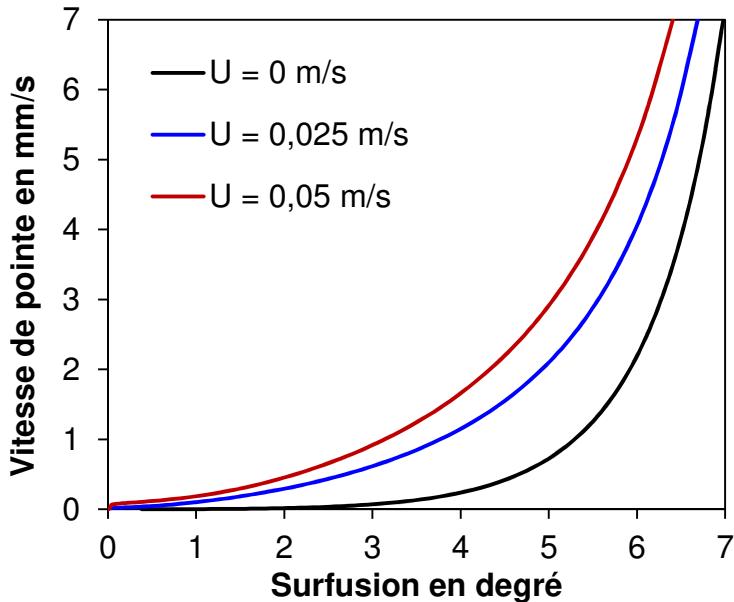


Figure 3-16 : Evolution de la surfusion en fonction de la vitesse de pointe pour plusieurs vitesses d'écoulement du fluide dans un gradient nul

Lorsque la solidification se fait en présence de convection, celle-ci augmente la vitesse de solidification. Dans le cas de la vitesse de soudage, la surfusion est de $5,8^\circ\text{C}$, $4,57^\circ\text{C}$ et $3,64^\circ\text{C}$ pour une vitesse d'écoulement de 0 , $0,025$ et $0,05 \text{ m/s}$. Dans les conditions de TSD, la surfusion est comprise entre $2,13$ et $3,33^\circ\text{C}$.

On a vu précédemment que la constante σ du modèle TB dépendait de la surfusion à la pointe de la dendrite par l'intermédiaire du nombre adimensionnel β' . Dans le modèle TB, la constante σ permet de faire le lien entre le calcul de surfusion et le paramètre de rétrodiffusion dans le liquide β . Or, le calcul de surfusion donne directement accès à la valeur de w_i^s pour $f_s = 0$, ce qui permet de calculer directement la valeur de β' sans passer par le calcul de σ . Il n'y a donc pas besoin de travailler avec σ dans cette étude. Il convient alors de voir l'influence des conditions de solidification (vitesse de croissance, gradient thermique et convection) induites par le procédé sur la valeur de β' .

Il faut signaler ici que les valeurs de β' , pour une condition de solidification donnée (gradient, vitesse et vitesse d'écoulement) données par le modèle KGT modifié sont identiques pour le fer et le chrome. L'écart le plus grand entre les deux valeurs de β' s'élève à $0,5\%$ pour les conditions de solidification utilisées dans la suite du chapitre.

4.3. Modèle de microségrégation

4.3.1. Effet de la surfusion sur le résultat du modèle TB

Ce paragraphe compare le modèle TB aux autres modèles de microségrégation. La Figure 3-17 et la Figure 3-18 comparent les profils de microségrégation prévus par les modèles des bras de Leviers et de Scheil avec ceux obtenus par le modèle TB pour trois vitesses de croissance différentes pour un gradient thermique de 3000 K/m. Pour pouvoir se focaliser sur l'effet de la surfusion sur le profil de microségrégation prévu par le modèle, il a été choisi de ne pas considérer la convection pour ce paragraphe. Le cas du fer est le seul considéré car son coefficient de partage est le plus éloigné de l'unité.

Pour ne pas prendre en compte le calcul de surfusion sur les profils de la Figure 3-17, les calculs sont réalisés en choisissant $\beta' = \beta$. En revanche, les courbes présentées en Figure 3-18 intègrent le calcul de surfusion pour la définition du premier solide.

Le Tableau 3-10 présente les paramètres utilisés pour les calculs des trois courbes du modèle TB. La détermination de β' est effectuée par l'intermédiaire d'un calcul de surfusion. Les constantes α et β sont calculées en utilisant la loi d'évolution des bras primaires donnée par (3-1).

Tableau 3-10 : Données utilisées pour les calculs TB de la Figure 3-17 et de la Figure 3-18

Vitesse de croissance en m/s	α	$\beta' = \beta$ ($\sigma = 1$)	$\beta' = \sigma * \beta$ (définie avec la surfusion)
$1.10^{-5} \approx$ condition de TSD	0,275	43,12	1,985
1.10^{-4}	0,09	14,13	0,971
$1,47.10^{-3} \approx$ condition de soudage	0,024	3,705	0,36

La Figure 3-17 montre le rôle joué par le paramètre de rétrodiffusion α . Plus la vitesse de solidification augmente, plus les profils calculés tendent vers le modèle de Scheil en fin de solidification (α tend vers 0). Pour rappel, le modèle de TB est égal au modèle de Scheil lorsque α et β' tendent respectivement vers 0 et l'infini. Dans ce cas particulier où $\beta' = \beta$, les valeurs de β' sont très grandes (Tableau 3-10), c'est-à-dire supérieures à 1. Ces valeurs peuvent déjà être considérées comme étant équivalentes à l'infini [3-27], d'où la faible modification du profil pour les premières fractions de solide obtenues pour les trois vitesses de solidification. Ceci explique que la composition du premier solide prédit par le modèle TB est confondue avec les modèles des bras de Leviers et de Scheil. Pour les plus fortes fractions de solide, l'évolution de la composition est comparable à celle donnée par le modèle CK puisque la constante α est intégrée au modèle TB (Figure 3-17).

La prise en compte de la surfusion pour déterminer la composition du premier solide par l'intermédiaire de β' est mise en évidence sur la Figure 3-18. Le profil de microségrégation est principalement modifié pour les premières fractions de solide. Plus la surfusion est importante (cette dernière augmente en augmentant la vitesse), plus le premier solide formé voit sa composition diminuer (dans le cas d'un coefficient de partage supérieur à 1, comme le fer pour l'alliage FM52). Le profil garde les mêmes caractéristiques pour les fortes fractions de solide que le cas où $\beta' = \beta$.

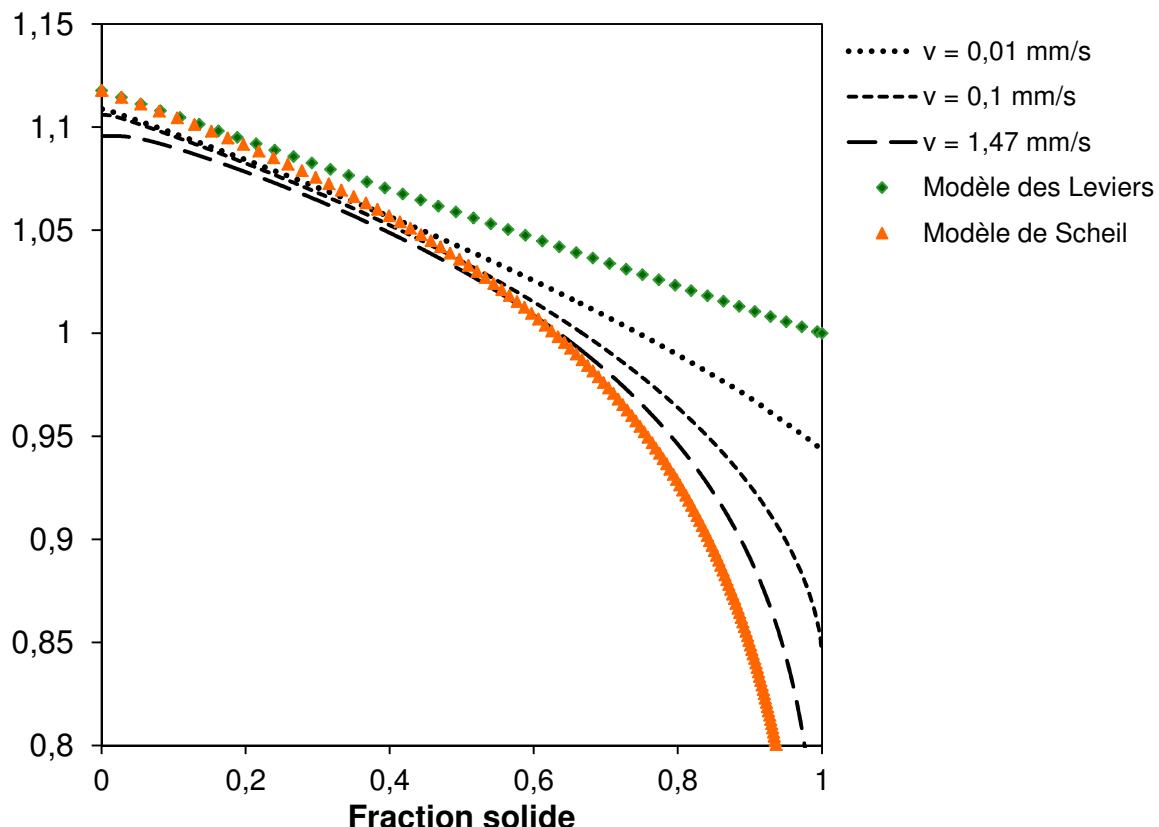


Figure 3-17 : Comparaison des profils de microségrégation prévus par le modèle TB avec les modèles des Leviers et de Scheil pour trois vitesses de croissance dans le cas de $\beta' = \beta$ ($\sigma = 1$)

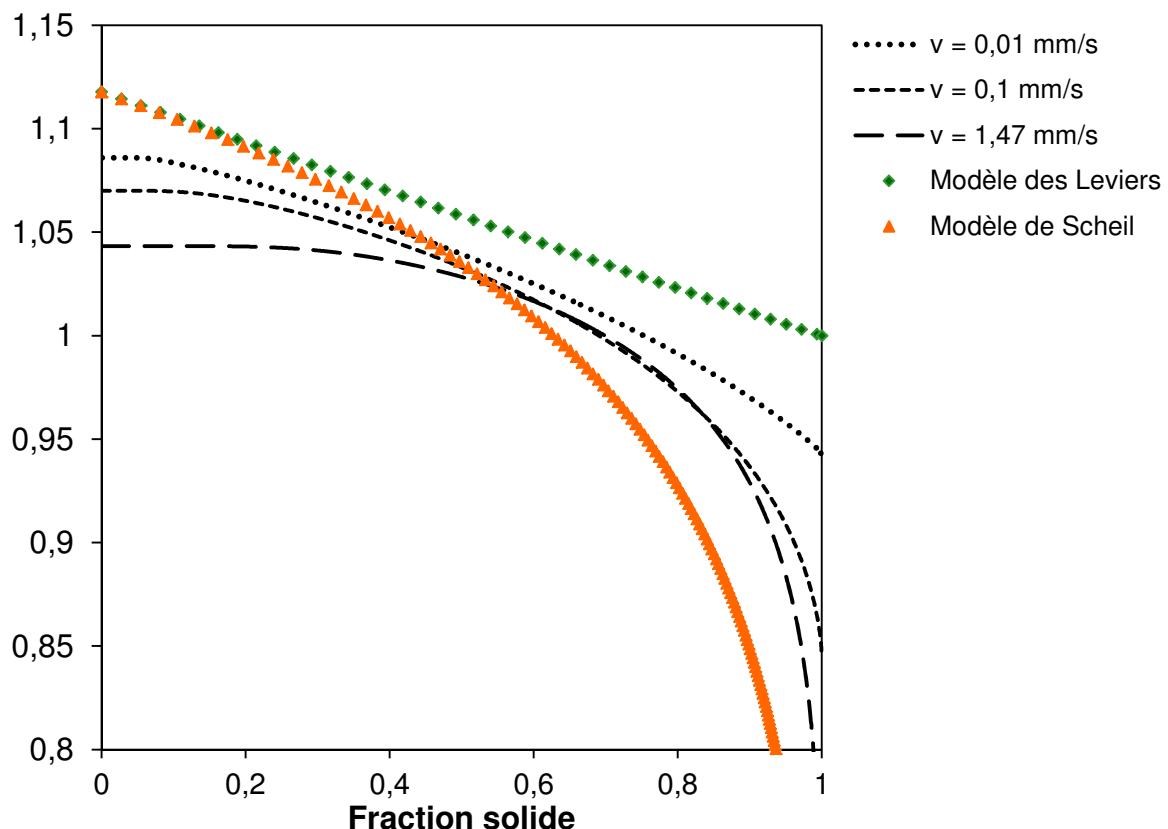


Figure 3-18 : Comparaison des profils de microségrégation prévus par le modèle TB avec les modèles des Leviers et de Scheil pour trois vitesses de croissance dans le cas de $\beta' = \sigma * \beta$

4.3.2. Conditions de solidification et β' : convection dans le bain fondu et vitesse de croissance

Plusieurs calculs KGT ont été réalisés pour différentes vitesses d'écoulement du fluide en considérant trois gradients thermiques. 300 000 K/m est l'ordre de grandeur associé au procédé de soudage et 5300 K/m est la valeur du gradient thermique en TSD. La dernière valeur, 30 000 K/m, est une valeur intermédiaire.

Pour expliquer les différentes variations β' en fonction des différents paramètres, il faut en donner une expression analytique. En combinant les équations (3-16) et (3-17), la relation (3-19) est obtenue.

$$\beta' = \frac{k * \left(\frac{w_i^s}{w_i^0} - 1 \right)}{2 * \left(k - \frac{w_i^s}{w_i^0} \right)} \quad (3-19)$$

L'équation (3-19) permet de mettre en évidence que β' est fonction de la composition du premier solide w_i^s , lui-même fonction de la surfusion, c'est-à-dire de la vitesse de croissance et de la vitesse d'écoulement du fluide et du gradient thermique. Il a été constaté que le gradient thermique n'a pas d'influence notable sur la valeur de β' . Pour une vitesse de 1,5 mm/s et une vitesse de fluide de 0,03 m/s, β' vaut respectivement 0,638 et 0,639 pour un gradient de 30 000 et 5300 K/m. La valeur de β' ne dépend que de la vitesse de croissance et de la vitesse d'écoulement du fluide.

La Figure 3-19 donne l'évolution de β' en fonction de la vitesse d'écoulement du fluide U pour trois vitesses de croissance. La Figure 3-20 montre l'évolution de β' en fonction de la vitesse de croissance pour trois vitesses d'écoulement.

En dérivant l'équation (3-19) par rapport à w_i^s , le résultat suivant est obtenu :

$$(\beta')'(w_i^s) = \frac{k * (k - 1) * w_i^0}{2 * (w_i^s - k * w_i^0)^2}$$

β' est monotone. La valeur de k définit si β' est croissante ou décroissante en fonction de w_i^s . Si k est plus grand que 1, β' augmente en fonction de w_i^s . Cependant, l'évolution de w_i^s est gouvernée par la surfusion.

Dans l'hypothèse où $k < 1$ et pour une vitesse de croissance donnée, si U augmente, la surfusion diminue. Or $k < 1$, ce qui implique que w_i^s diminue avec la diminution de la surfusion, d'où l'augmentation de β' avec l'augmentation de U. Si $k > 1$, w_i^s augmente avec la diminution de la surfusion, d'où β' croissant avec U croissant. Cette situation correspond bien à la description de la Figure 3-19.

Ce raisonnement est également valable dans le cas où l'on suppose U constant et l'augmentation de la vitesse de croissance V. Si V augmente, la surfusion augmente. Pour $k < 1$, w_i^s augmente avec l'augmentation de V, d'où la diminution de β' avec l'augmentation de V. Pour $k > 1$, w_i^s diminue avec l'augmentation de V, d'où β' décroissant lorsque V augmente. On retrouve bien la hiérarchie des courbes présentées en Figure 3-20.

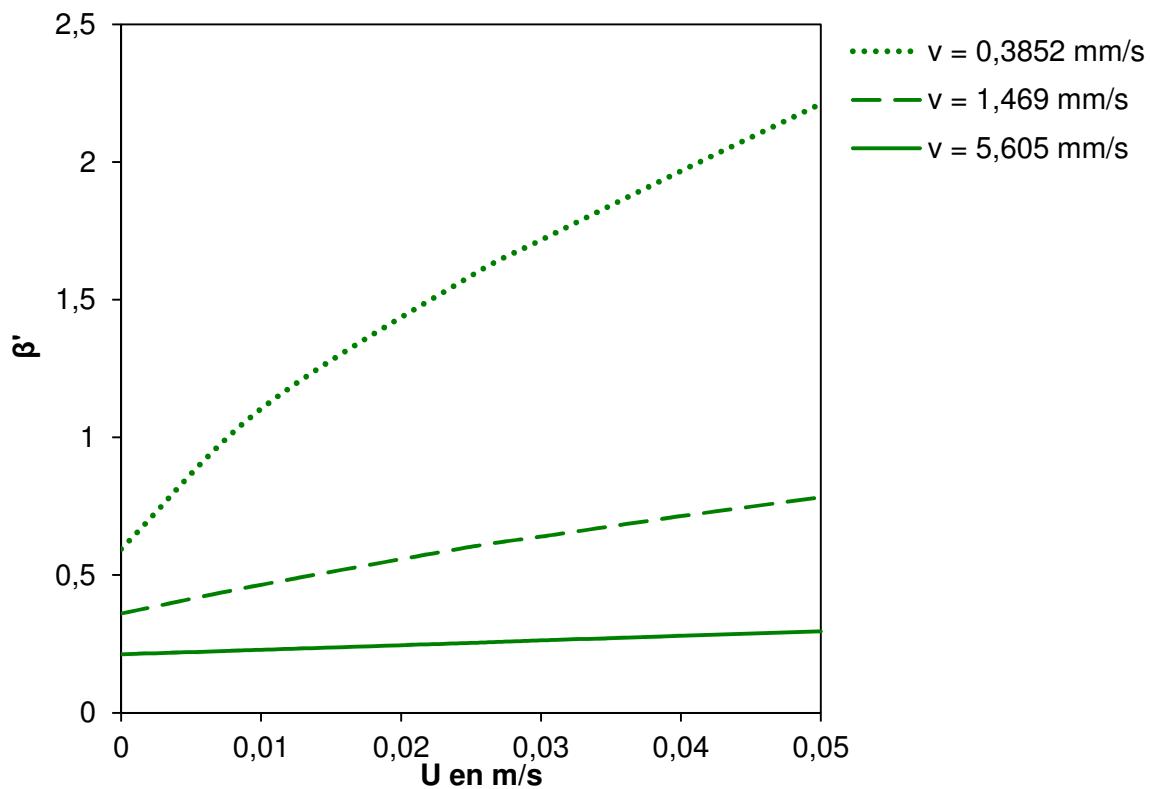


Figure 3-19 : Variation de β' en fonction de la vitesse d'écoulement U pour $G = 5300 \text{ K/m}$ et trois vitesses de croissance

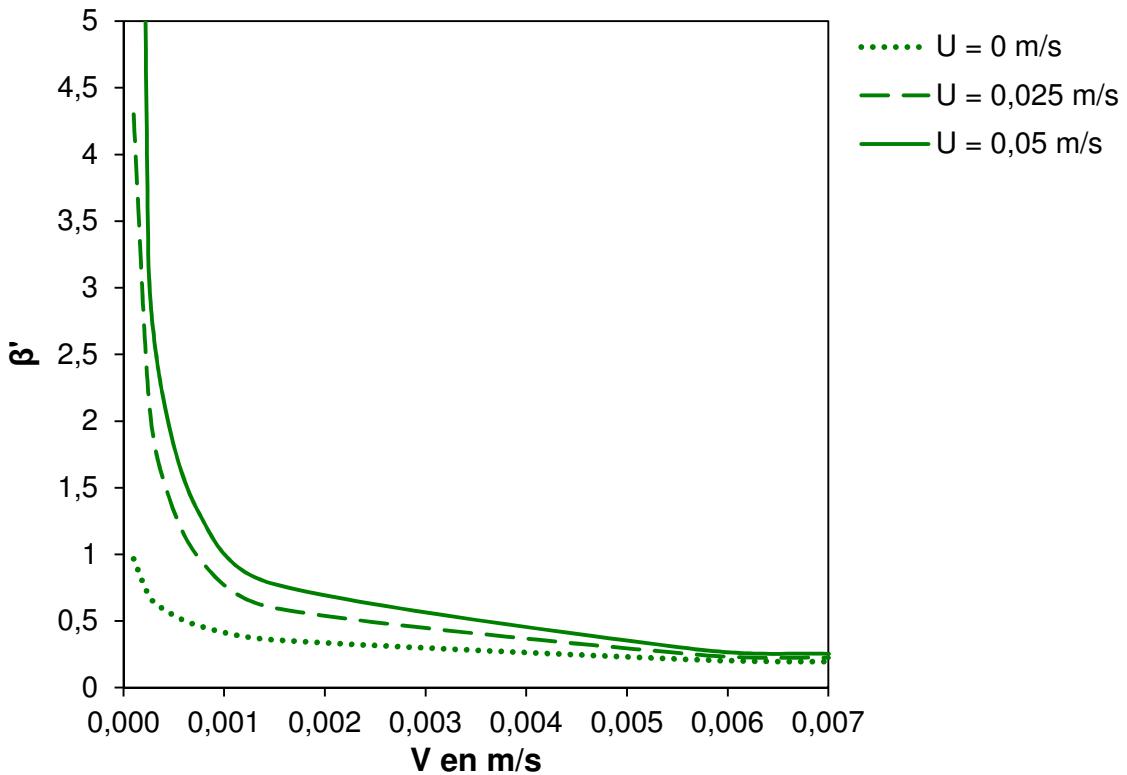


Figure 3-20 : Variation de β' en fonction de la vitesse de croissance pour $G = 5300 \text{ K/m}$ et trois vitesses d'écoulement de fluide

La Figure 3-19 et la Figure 3-20 montrent que la convection impacte la valeur de β' pour les faibles vitesses de croissance. On a vu précédemment que la vitesse U diminue la surfusion, mais pour des fortes vitesses de croissance, la surfusion n'est pas très différente d'une valeur de U à l'autre comme on peut le voir sur la Figure 3-16. À partir d'une vitesse de 4 mm/s, les trois surfusions diffèrent par moins de 1°C, d'où le fait que β' tende vers une asymptote lorsque V est supérieure à 4 mm/s pour toutes les valeurs de U (Figure 3-20).

Il convient donc de mettre en données le modèle de TB précautionneusement. D'après ce qui précède, la valeur de β' (ou de σ) ne peut être choisie aléatoirement. Elle est fonction du procédé de solidification (vitesse de croissance et convection dans le bain fondu).

V. Comparaisons modèle et expérience

1. Profil de microségrégation en TSD

La Figure 3-21 montre les différents profils de microségrégation pour l'expérience de TSD avec $GV = 0,16 \text{ K/s}$ avec les prédictions de microségrégation associées données par le modèle TB, les modèles des Leviers et Scheil. Le Tableau 3-11 donne les valeurs des nombres de Fourier utilisés pour réaliser les calculs de microségrégation de Tong et Beckermann pour cette expérience de TSD.

Tableau 3-11 : Paramètres utilisés dans le modèle TB pour calculer les profils de ségrégation correspondant aux TSD

Produit GV en K/s	α	β'
0,16	0,164	1,401

Les modèles des Leviers et de Scheil ne sont en aucun cas prédictifs. L'absence de la surfusion donne une composition du premier solide formé très éloignée de celle mesurée à la microsonde. Il en est de même pour la fin de solidification où le phénomène de rétrodiffusion n'est pas pris en compte de façon réaliste dans ces deux modèles (Figure 3-21).

Le modèle de TB montre une bonne correspondance avec les courbes expérimentales. Néanmoins, les compositions des premiers solides sont sous ($k < 1$) ou sur ($k > 1$) évaluées. L'écart constaté est probablement dû au fait que le modèle TB ne prend pas en compte la diffusion longitudinale du soluté dans le liquide, ce qui implique que la diffusion se produisant à la pointe de la dendrite n'est pas prise en compte. De ce fait, la composition moyenne du profil issu du modèle TB pour l'élément i ne peut être égale à w_i^0 , excepté dans le cas où la rétrodiffusion dans le solide est nulle, c'est-à-dire lorsque α tend vers 0.

Le dernier solide formé a un temps de solidification local proche de zéro en raison de la trempe. La composition de ce dernier point devrait être très proche de la composition déterminée par le modèle TB (même si la trempe n'interrompt pas immédiatement la diffusion). Cela est vrai pour le fer (Figure 3-21), mais la situation est différente dans le cas du chrome (Figure 3-21). Néanmoins, on a vu que la formation de la phase inter dendritique engendre un enrichissement local en chrome des dendrites adjacentes. Ceci ne peut être reproduit par le modèle TB, d'où la différence entre le profil de microségrégation expérimental et le profil du modèle TB du chrome pour les fortes fractions de solide (Figure 3-21).

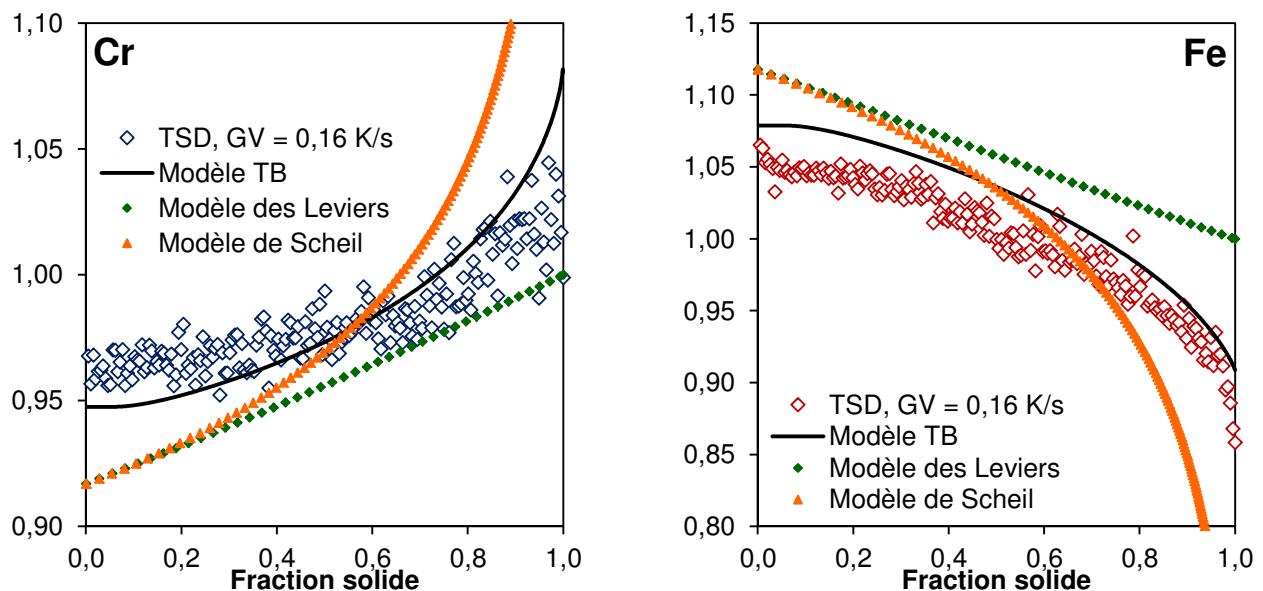


Figure 3-21 : Comparaison des profils de microségrégation avec les modèles TB, les Leviers et Scheil dans le cas de l'expérience de TSD telle que $GV = 0,16 \text{ K/s}$ pour le chrome et le fer

Enfin, la dernière hypothèse qui pourrait induire une erreur est le fait d'avoir supposé que l'alliage FM52 se comporte comme un ternaire. Néanmoins, les courbes données par le modèle TB se superposent bien sur les données expérimentales malgré le léger décalage précédemment observé. Il faut garder à l'esprit que la différence entre la composition du premier solide dosé par la microsonde et calculée par le modèle TB est faible. Cette déviation correspond respectivement à 0,61% et 0,14% en masse pour le chrome et le fer dans le cas de l'expérience à $GV = 0,16 \text{ K/s}$. Le modèle TB couplé au calcul de surfusion est ainsi convenable pour prédire la microségrégation dans le cas de la TSD. Il convient maintenant de voir le cas du soudage.

2. Soudage, convection et microségrégation

2.1. Modèle TB

Dans un premier temps, les profils de microségrégation de l'expérience de soudage de la maquette étagée une passe sont comparés aux profils prédis par le modèle TB dans deux cas : l'un où la vitesse du fluide est nulle et l'autre où elle est de 0,025 m/s pour nos conditions de solidification en soudage. Le Tableau 3-12 donne les différentes constantes utilisées pour les deux calculs TB.

Tableau 3-12 : Paramètres utilisés dans le modèle TB pour calculer les profils de ségrégation correspondant au soudage

Vitesse du fluide U	α	β'
0 m/s	0,0022	0,325
0,025 m/s	0,0022	0,54

La Figure 3-22 compare les dosages avec les deux profils calculés par TB avec et sans convection.

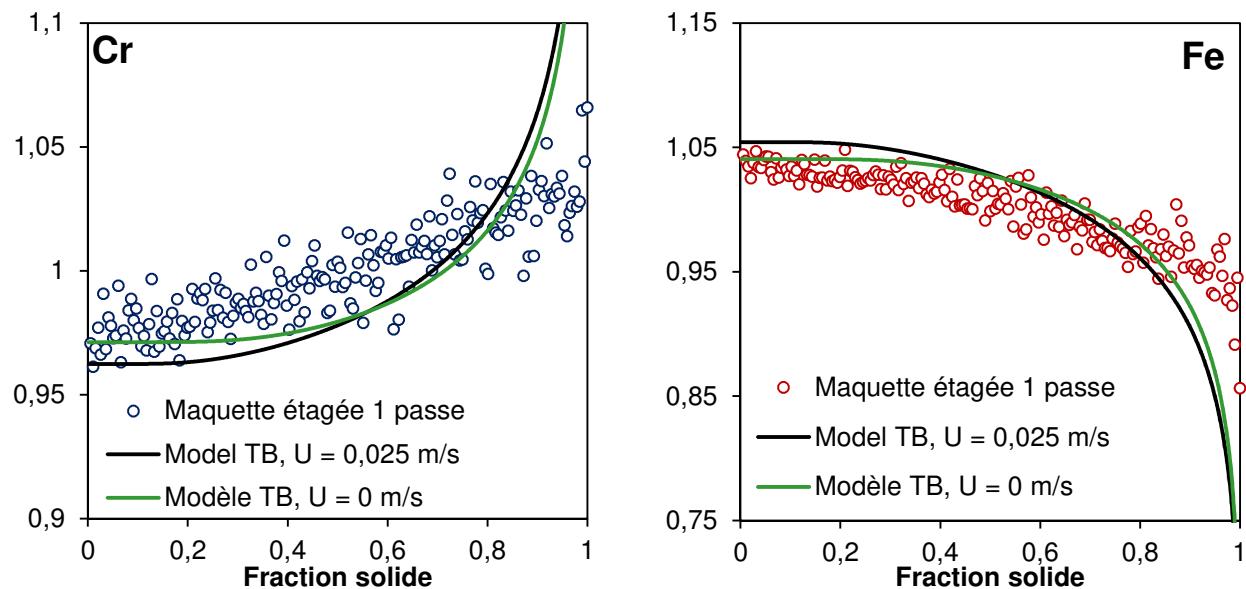


Figure 3-22 : Comparaison entre les profils de microségrégation donnés par le modèle TB avec et sans convection et le profil mesuré sur l'expérience de soudage

La vitesse d'écoulement du fluide a très peu d'influence sur le profil de microségrégation donné par le modèle TB dans les conditions des expériences réalisées (Figure 3-22). On note une légère modification de la composition des premières fractions de solide mais il n'y a pas de modifications notables sur les profils, notamment en fin de solidification où les points de microsonde sont très éloignés du modèle. En revanche, le modèle TB est bien prédictif pour les petites fractions de solide (jusque 0,3), en particulier pour le fer (Figure 3-22). Paradoxalement, le calcul TB sans convection a une meilleure correspondance avec les compositions des faibles fractions de solide par rapport au calcul avec la vitesse d'écoulement de 0,025 m/s. Toutefois, la différence entre les compositions des premiers solides formés est très faible pour ces deux vitesses d'écoulement : 0,09% pour le chrome et 0,13% pour le fer, ce qui veut dire que la vitesse d'écoulement U ne modifie pas significativement la composition du premier solide.

Parallèlement à ce qui a été fait précédemment pour la constante β' , la Figure 3-23 donne l'évolution de la composition normalisée en fonction de la vitesse d'écoulement du fluide U , et ce pour trois vitesses de croissance.

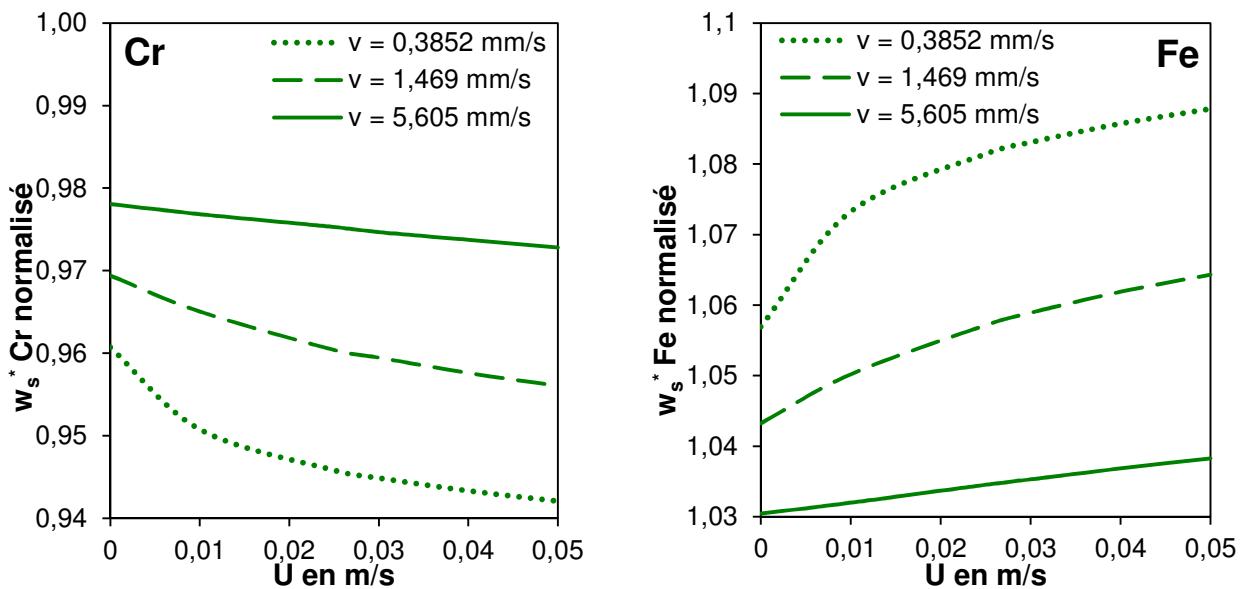


Figure 3-23 : Evolution de la composition normalisée du premier solide formé donnée par le modèle TB en fonction de la vitesse d'écoulement du fluide U pour trois vitesses de croissance

La vitesse d'écoulement du fluide a une influence sur la composition du premier solide uniquement pour les petites vitesses de solidification. Dans le cas de la Figure 3-23, pour une vitesse de 5,6 mm/s, la composition du premier solide varie très peu avec la convection (variation inférieure à 0,01) pour les deux éléments d'alliage. Pour une vitesse de croissance semblable à celle du soudage (1,469 mm/s), la variation est plus importante mais atteint péniblement un écart de 0,01 pour le chrome et 0,02 pour le fer. L'écart est beaucoup plus significatif dans le cas de vitesse de croissance proche de la TSD, en particulier pour le fer (la différence de composition est de 0,03). Ceci semble indiquer que l'influence de l'écoulement dans le bain fondu est d'autant plus importante que le coefficient de partage est éloigné de l'unité (pour les faibles vitesses de croissance).

D'après les résultats précédents, l'écoulement dans le bain fondu modifie seulement la composition du premier solide formé. La convection rencontrée en soudage réduit la surfusion vers des valeurs proches de la TSD, ce qui explique pourquoi les profils de microségrégation de l'expérience de soudage et de TSD ont des premiers solides de compositions équivalentes. En revanche, elle n'a pas d'effet sur le reste du profil. On en conclut que l'écoulement dans le bain liquide n'est pas la raison pour laquelle les profils de microségrégation de TSD et de soudage se superposent, notamment en fin de solidification. La dernière voie à exploiter est l'effet de la finesse des microstructures de soudage sur les mesures de microsonde.

2.2. Microstructure versus microsonde

Dans le cas du soudage, la microségrégation est difficile à caractériser du fait de la finesse des structures de solidification. Suivant la relation de Castaing [3-38] la profondeur de pénétration du faisceau des électrons incidents est de 0,850 micron. Généralement la valeur de 1 micron est retenue. Ainsi, la fraction solide analysée par chaque pointé de microsonde est approximée par le rapport $\frac{\text{Profondeur de pénétration des électrons}}{\lambda_2}$.

Dans notre procédé de soudage, les espacements dendritiques secondaires mesurent entre 3 et 4 microns, ce qui correspond à une fraction de solide analysée comprise entre 25 et 33%. Le dosage des points de microsonde correspond donc à la composition moyenne pour une telle fraction de solide. Il convient de prendre en considération cet effet de moyenne dans le modèle de microségrégation. La méthode choisie est de calculer une moyenne flottante sur 30% de fraction solide pour la courbe du modèle de TB obtenu avec $U = 0,025 \text{ m/s}$, et ainsi reproduire l'effet de moyenne observé sur la courbe expérimentale. Pour pouvoir calculer cette moyenne sur les bords de l'intervalle, la moyenne flottante est calculée pour un profil s'étendant sur trois bras secondaires (c'est-à-dire pour une fraction de solide hypothétique de 3). La moyenne pondérée est calculée sur les trois fractions de solide et le résultat retenu est la moyenne pondérée obtenu pour le second bras (pour la fraction de solide s'étendant de 1 à 2).

Pour les essais de TSD, le plus petit espace secondaire dendritique est de 30 microns, ce qui correspond à calculer une moyenne flottante sur 3% de fraction solide. Il est donc inutile de le prendre en compte.

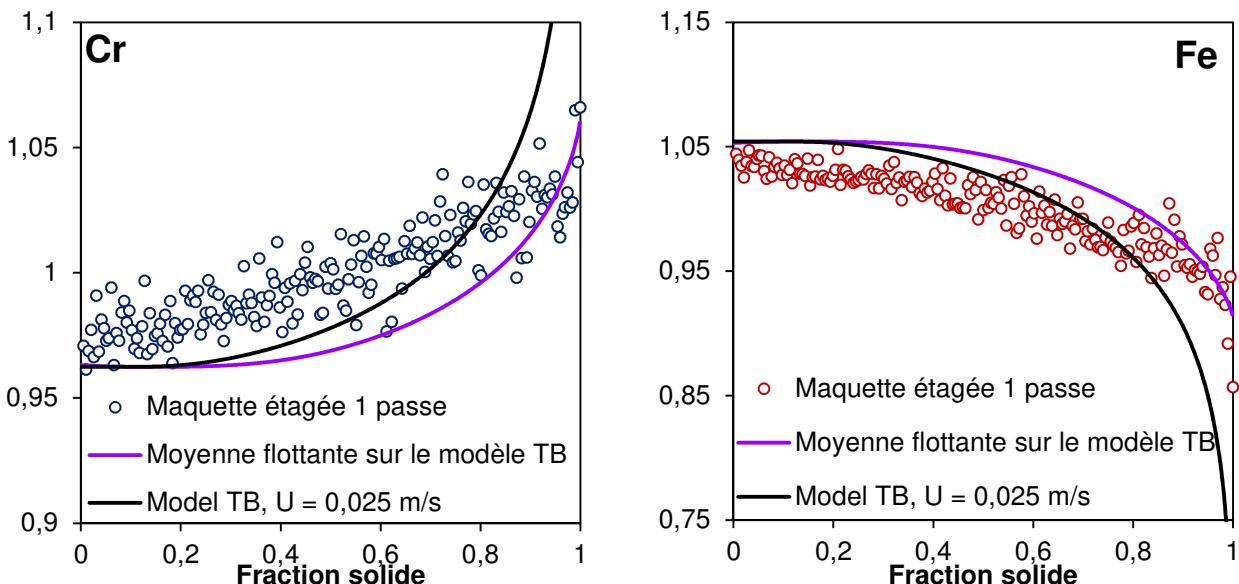


Figure 3-24 : Comparaison entre les profils de microségrégation donnés par le modèle de TB et le modèle de TB avec moyenne flottante sur 30% de fraction solide dans le cas de l'expérience de soudage

La Figure 3-24 compare les courbes données par le modèle TB et par le modèle TB en prenant en compte l'effet de moyenne dans le cas du soudage. Avec la moyenne flottante, le modèle TB correspond bien à la courbe de microségrégation évaluée avec la microsonde, particulièrement dans le cas du fer. Nous concluons que le modèle de microségrégation développé ici est a priori prédictif pour le soudage.

Conclusions

La solidification de l'alliage FM52 a été étudiée dans deux cas : la trempe de solidification dirigée et le soudage. Ces expériences ont permis, d'une part, de déterminer les lois d'évolution des paramètres microstructuraux de solidification en fonction du gradient thermique et de la vitesse de croissance, et, d'autre part, de caractériser la microségrégation en TSD et en soudage. Ces mesures, couplées à des calculs Thermocalc, ont permis de définir les données thermodynamiques de l'alliage FM52. Ces données ont ensuite été utilisées pour le calcul de surfusion dans lequel la convection est prise en compte. Ce calcul de surfusion est ensuite exploité pour créer un modèle de microségrégation prenant en compte la surfusion et la convection dans le bain fondu.

Le modèle de microségrégation de Tong et Beckermann présente l'avantage de prendre en compte la surfusion de pointe au niveau du premier solide formé et de pouvoir prédire les microségrégation dans toutes les conditions de solidification. Ceci permet d'avoir une meilleure image du chemin de solidification par rapport aux autres modèles de microségrégation, spécialement pour les fractions de solide comprises entre 0 et 0,3. Dans le cas des essais de TSD, le modèle TB présente une bonne adéquation avec les courbes de microségrégation déterminées avec la microsonde Castaing.

Dans le cas du soudage, le volume de matière analysé par le faisceau d'électrons joue un rôle significatif sur les résultats. Les microstructures soudées étant très fines, la composition dosée est une composition moyenne sur une fraction de solide de 0,3. Cet effet de moyenne est pris en compte dans les résultats issus du modèle TB et il apparaît que les résultats expérimentaux et numériques sont en concordance.

Ce travail a testé l'influence des conditions de solidification sur les prédictions numériques de la microségrégation. Si il est clair que la convection modifie la constante β' du modèle TB, il est apparu, dans le cas du soudage, que la modification de cette constante par la vitesse d'écoulement du liquide a un rôle mineur sur le profil de microségrégation. Dans le cas de l'alliage FM52, la prise en compte de la surfusion est suffisante pour prédire les profils de microségrégation en soudage.

Il faut garder à l'esprit que l'alliage FM52 présente le cas particulier où les coefficients de partage des éléments majoritaires sont très proches de l'unité. Ceci peut expliquer le rôle secondaire joué par la convection sur la composition du premier solide. Le cas aurait été probablement différent avec des coefficients de partage nettement inférieurs à 1.

Liste des figures du chapitre 3

Figure 3-1 : Observation au microscope optique du fil de FM52 attaqué sur une coupe (a) longitudinale et (b) transversale	71
Figure 3-2: Nitrule de titane du fil FM52 observé au microscope optique (a) et au MEB en mode BSE (b).....	72
Figure 3-3 : Diffractogrammes obtenus pour l'alliage FM52 sous forme de fils et lingot de sole froide (massif) comparés avec la fiche ICCD 01-077-9326	72
Figure 3-4 : Evolution des températures de solidus et de liquidus en fonction de la vitesse de montée en température et leurs droites d'interpolation respectives pour la fusion des fils de FM52	73
Figure 3-5: Micrographies des zones pâteuses de plusieurs échantillons de TSD après attaque électrolytique, (a) $v = 0,013 \text{ mm/s}$ et $G = 3000 \text{ K/m}$, (b) $v = 0,03 \text{ mm/s}$ et $G = 3000 \text{ K/m}$, (c) $v=0,09 \text{ mm/s}$ et $G = 3000 \text{ K/m}$, (d) $v = 0,013 \text{ mm/s}$ et $G = 5300 \text{ K/m}$, (e) TSD pour $v = 0,03 \text{ mm/s}$ et $G = 5300 \text{ K/m}$, (f) TSD pour $v = 0,09 \text{ mm/s}$ et $G = 5300 \text{ K/m}$	77
Figure 3-6 : Coupes transverses sur les essais de TSD pour (a) $v = 0,013 \text{ mm/s}$ et $G = 3000 \text{ K/mm}$, (b) $v = 0,013 \text{ mm/s}$ et $G = 5300 \text{ K/m}$, (c) $v = 0,09 \text{ mm/s}$ et $G = 3000 \text{ K/m}$, (d) $v = 0,09 \text{ mm/s}$ et $G = 5300 \text{ K/m}$	78
Figure 3-7 : Microstructure en soudage : (a) macrographie du cordon de soudage simple passe de la maquette étagée, (b) milieu de la zone fondu, (c) sommet du cordon	79
Figure 3-8 : Evolution des bras primaires λ_1 en fonction du produit $G^{-1/2} \cdot V^{-1/4}$ obtenu par les essais de TSD et de la maquette étagée 1 passe	80
Figure 3-9 : Evolution des espacements dendritiques secondaires pour l'alliage FM52 en fonction de la vitesse de refroidissement en K/s pour la TSD, le soudage sur la maquette étagée et les mesures de Blecher et al [3-19].....	81
Figure 3-10 : Phase inter-dendritique observée sur une coupe transverse de l'échantillon de TSD $v = 0,09 \text{ mm/s}$, $G = 5300 \text{ K/m}$ au MEB en mode BSE, 25 keV	82
Figure 3-11 : Profils de concentration réalisés à l'EDS (en pourcentage massique) des éléments d'alliage à travers la phase inter-dendritique présentée en Figure 3-10	83
Figure 3-12 : Micrographie de la coupe transverse de l'échantillon de TSD pour $GV = 0,039 \text{ K/s}$.	84
Figure 3-13 : Profils de microségrégation en concentrations massiques normalisées des éléments des échantillons de TSD : $GV = 0,16$ et $GV = 0,039 \text{ K/s}$ pour tous les éléments dosés.....	85
Figure 3-14 : Comparaison des profils de microségrégation en concentrations massiques normalisés entre l'échantillon de TSD tel que $GV = 0,477 \text{ K/s}$ (triangles rouges) et l'expérience de soudage (cercles noirs)	86
Figure 3-15 : Profils de microségrégation de l'expérience de TSD à $GV = 0,477 \text{ K/s}$ et de la maquette étagée 1 passe comparés aux règles des Leviers et de Scheil pour les éléments du ternaire Ni-Cr-Fe.....	88
Figure 3-16 : Evolution de la surfusion en fonction de la vitesse de pointe pour plusieurs vitesses d'écoulement du fluide dans un gradient nul	94
Figure 3-17 : Comparaison des profils de microségrégation prévus par le modèle TB avec les modèles des Leviers et de Scheil pour trois vitesses de croissance dans le cas de $\beta' = \beta$ ($\sigma = 1$)	96
Figure 3-18 : Comparaison des profils de microségrégation prévus par le modèle TB avec les modèles des Leviers et de Scheil pour trois vitesses de croissance dans le cas de $\beta' = \sigma * \beta$	96
Figure 3-19 : Variation de β' en fonction de la vitesse d'écoulement U pour $G = 5300 \text{ K/m}$ et trois vitesses de croissance.....	98

Figure 3-20 : Variation de β' en fonction de la vitesse de croissance pour $G = 5300 \text{ K/m}$ et trois vitesses d'écoulement de fluide	98
Figure 3-21 : Comparaison des profils de microségrégation avec les modèles TB, les Leviers et Scheil dans le cas de l'expérience de TSD telle que $GV = 0,16 \text{ K/s}$ pour le chrome et le fer.....	100
Figure 3-22 : Comparaison entre les profils de microségrégation donnés par le modèle TB avec et sans convection et le profil mesuré sur l'expérience de soudage	101
Figure 3-23 : Evolution de la composition normalisée du premier solide formé donnée par le modèle TB en fonction de la vitesse d'écoulement du fluide U pour trois vitesses de croissance..	102
Figure 3-24 : Comparaison entre les profils de microségrégation donnés par le modèle de TB et le modèle de TB avec moyenne flottante sur 30% de fraction solide dans le cas de l'expérience de soudage.....	103

Liste des tableaux du chapitre 3

Tableau 3-1 : Analyse chimique (% massique) obtenue par microsonde électronique pour l'alliage FM52 sous forme de fil et sous forme de barreau comparée avec les données du fabricant [3-7]	70
Tableau 3-2 : Résultats de l'analyse Carbone/soufre réalisée sur l'alliage FM52 par rapport aux données du fabricant [3-7]	71
Tableau 3-3 : Equation des droites d'interpolation de la température de liquidus et solidus (T) en fonction de la vitesse de montée en température v pour l'alliage FM52	74
Tableau 3-4 : Paramètres des essais de TSD réalisés pour les analyses de la microségrégation.....	75
Tableau 3-5 : Paramètres des essais de TSD complémentaires	75
Tableau 3-6 : Paramètres de l'expérience de soudage utilisés pour la caractérisation de la microségrégation.....	75
Tableau 3-7 : Mesures des microstructures de solidification pour les différentes expériences de solidification.....	80
Tableau 3-8 : Coefficients de partage calculés dans les expériences de TSD, de soudage et par Thermocalc.....	87
Tableau 3-9 : Grandeurs physiques et thermodynamiques utilisées pour le calcul de surfusion à la pointe des dendrites.....	93
Tableau 3-10 : Données utilisées pour les calculs TB de la Figure 3-17 et de la Figure 3-18	95
Tableau 3-11 : Paramètres utilisés dans le modèle TB pour calculer les profils de ségrégation correspondant aux TSD.....	99
Tableau 3-12 : Paramètres utilisés dans le modèle TB pour calculer les profils de ségrégation correspondant au soudage	100

Bibliographie du chapitre 3

- [3-1] M. Rappaz, Ch.-A. Gandin, J.-L. Desbiolles, Ph. Thévoz, Prediction of Grain Structures in Various Solidification Processes, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 27A, 1996, 695 – 705
- [3-2] Ch.-A. Gandin, J.L. Desbiolles, M. Rappaz, Ph. Thévoz, A Three-Dimensional Cellular Automaton-Finite Element Model for the Prediction of Solidification Grain Structures, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 30A, 1999, 3153 – 3165
- [3-3] S.C Flood, J.D Hunt, Columnar and equiaxed growth I. A model of a columnar front with a temperature dependent velocity, Journal of Crystal Growth, Volume 82, Issue 3, 1987, 543 – 551
- [3-4] S. Chen, G. Guillemot, Ch.-A Gandin, 3D Coupled Cellular Automaton (CA)-Finite Element (FE) Modeling for Solidification Grain Structures in Gas Tungsten Arc Welding (GTAW), ISIJ International, Vol. 54 (2014), No. 2, pp. 401–407
- [3-5] H.G Krauss, Experimental Measurement of Thin Plate 304 Stainless Steel GTA Weld Pool Surface Temperatures, Welding Journal, Vol 66, December 1987, 353s- 359s
- [3-6] M. Tanaka, H. Terasaki, M. Ushio, J.J Lowke, Numerical Study of a free-burning Argon Arc with Anode Melting, Plasma Chemistry and Plasma Processing, Vol. 23, No. 3, September 2003, 585 – 606
- [3-7] INCONEL Filler Metal 52, Special Metals, www.specialmetalswelding.com, consulté le 06/12/2013
- [3-8] A.J. Ramirez, J.C. Lippold, High temperature behavior of Ni-base weld metal Part I., Ductility and microstructural characterization, Materials Science and Engineering A380, 259 – 271, 2004
- [3-9] Wenlin Mo, Shaping Lu, Dianzhong Li, Yiyi Li, Effects of filler metal composition on the microstructure and mechanical properties for ERNiCrFe-7 multi-pass weldments, Materials Science & Engineering A 582, (2013), 326–337
- [3-10] W. Wu, C.H Tsai, Hot Cracking Susceptibility of Fillers 52 and 82 in Alloy 690 Welding, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 30 A, February 1999, 417 – 426
- [3-11] D.G. Baldrey, T.E. Capobianco, L.L. D'Amore, R .A. Etien, P.C. Sander, K. Schmit, J.A. Sutliff, G.A. Young, Development of a highly weldable and corrosion resistant nickel-chromium filler metal for use in nuclear power systems, Lockheed Martin Corporation, P.O. Box 1072, Schenectady, NY 12301-1072
- [3-12] W.J. Boettinger, U.R. Kattner, On Differential Thermal Analyzer Curves for the Melting and Freezing of Alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 33A, June 2002, 1779 – 1794
- [3-13] M. Bobadilla, J. Lacaze, G. Lesoult, Influence des conditions de solidification sur le déroulement de la solidification des aciers inoxydables austénitiques, Journal of Crystal Growth 89, 1988, 531 - 544
- [3-14] Sophie De Vito, Influence de la composition chimique et des conditions de refroidissement sur la fissuration à chaud d'alliages bases nickel, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, 2000
- [3-15] Tsung-Yuan Kuo, Hwa-Teng Lee, Effects of filler metal composition on joining properties of alloy 690 weldments, Materials Science and Engineering A338, 2002, 202-212
- [3-16] G. Lesoult, Solidification, Cristallisation et microstructures, Techniques de l'ingénieur, référence m58, publié le 10/10/1986
- [3-17] Wenlin Mo, Shaping Lu, Dianzhong Li, Yiyi Li, Effects of filler metal composition on inclusions and defects for ER NiCrFe-7 weldments, Journal of Materials Science Technology, 2013, 29 (5), 458-466
- [3-18] Hwa Teng Lee, Jia Lin Wu, Correlation between corrosion resistance properties and thermal cycles experienced by gas tungsten arc welding and laser beam welding Alloy 690 butt weldments, Corrosion Science 51, 2009, 733-743
- [3-19] J.J. Blecher, T.A. Palmer, T. Debroy, Solidification Map of a Nickel-Base Alloy, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 45A, April 2014, 2142 – 2151
- [3-20] A. Frenk, W. Kurz, High speed laser cladding: solidification conditions and microstructure of a cobalt-based alloy, Materials Science and Engineering A, 173A, 1993, 339 – 342

- [3-21] J. Zollinger, D. Daloz, On the sampling methodology to characterize microsegregation, Materials Characterization 62, 2011, 1058 – 1065
- [3-22] M. Charpentier, D. Daloz, A. Hazotte, E. Gautier, G. Lesoult, M. Grange, Study of Microstructure and Solute Partitioning in a CastTi-48Al-2Cr-2Nb Alloy by Quenching during Directional Solidification Technique, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 34A, October 2003, 2139 – 2149
- [3-23] S.M. Seo, H.W. Jeong, Y.K. Ahn, D.W. Yun, J.H. Lee, Y.S. Yoo, A comparative study of quantitative microsegregation analyses performed during the solidification of the Ni-base superalloy CMSX-10, Materials Characterization 89, 2014, 43 – 55
- [3-24] M. Ganessan, D. Dye, P.D. Lee, A Technique for characterizing Microsegregation in Multicomponent Alloys and Its Application to Single-Crystal Superalloy Castings, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 36A, 2005, 2191 – 2204
- [3-25] E. Scheil, Bemerkungen zur Schichtkristallbildung (Retrograde saturation curves), Zeitschrift für Metallkunde 34, 1942, 70 – 72
- [3-26] T.W. Clyne, W.Kurz, Solute redistribution during solidification with rapid solid state diffusion, Metallurgical transactions. A, Physical metallurgy and materials science, 12 A (6), 1981, 965 – 971
- [3-27] X. Tong, C. Beckermann, A diffusion boundary layer model of microsegregation, Journal of Crystal Growth 187, 1998, 289 – 302
- [3-28] Haithem Ben Hamouda. Modélisation et simulation de la structure de solidification dans les superalliages base-nickel : application AM1. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012. Français. <NNT : 2012ENMP0040>. <tel-01202342>
- [3-29] J.P. Gabathuler, F. Weinberg, Fluid Flow into a dendritic Array under Forced Convection, Metallurgical Transactions B, 14B, 1983, 733 – 741
- [3-30] B. Appolaire, H. Combeau, G. Lesoult, Modeling of equiaxed growth in multicomponent alloys accounting for convection and for the globular/dendritic morphological transition, Materials Science and Engineering A 487, 2008, pp. 33-45
- [3-31] W.Kurz, B. Giovanola, R. Trivedi, Theory of microstructural development during rapid solidification, Acta Metallurgica, Vol 34, No.5, 23 August 1985, 823 – 830
- [3-32] B. Appolaire, V. Albert, H. Combeau, G. Lesoult, Free growth of equiaxed crystals setting in undercooled NH₄Cl-H₂O melts, Acta Materialia 46, 1998, 5851 – 5862
- [3-33] P. Magnin, R. Trivedi, Eutectic growth, a modification of the Jackson and Hunt theory, Acta metallurgica and materialia, Volume 39, No. 4, 1991, 453 – 467
- [3-34] G. Lesoult, Traité des Matériaux, Volume 5, Thermodynamique des Matériaux. De l'élaboration des matériaux à la genèse des microstructures, Presse polytechniques et universitaires romandes, 2010
- [3-35] Z. Gao, O.A. Ojo, Modeling analysis of hybrid laser arc welding of single crystal nickel-based superalloys, Acta Materialia 60, 2012, 3153 – 3167
- [3-36] C. Bezençon, Recouvrement monocristallin par procédé laser d'un superalliage à base nickel, Ph.D. Thesis, Materials science & eng. Institut, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne: Lausanne, 2002
- [3-37] H. Kobatake, J. Brillo, Density and viscosity of ternary Cr-Fe-Ni liquid alloys, Journal of Materials Science 48, 2013, 6818 – 6824
- [3-38] R. Castaing, Advances in electronics and electron physics. 13 Edts C. Masson, Academic Press, NY, p. 317, 1960

Chapitre 4 : Caractérisation des structures de solidification en soudage TIG

Le but de ce chapitre est de comprendre comment la sélection de grains s'opère en soudage TIG. Pour ce faire, les différents cas tests de soudage sont l'objet de caractérisations microscopiques par la technique de l'EBSD. Pour caractériser la sélection des grains, les évolutions de deux caractéristiques microstructurales sont suivies dans la zone fondue : le nombre de grains et la texture. Pour cette dernière, une nouvelle grandeur microstructurale, le degré de texturation, a été mis au jour pour suivre l'évolution de la texture.

Les microstructures soudées sont étudiées dans deux conditions expérimentales : refusion avec métal d'apport sur un substrat plat (ligne de soudage) et maquette étagée. La ligne de soudage est une configuration de soudage très simple (sans chanfrein). L'utilisation de deux types de plaques (316L et A600) permet, comme on le verra dans la suite, d'évaluer l'influence de la taille des grains à l'interface métal de base / zone fondue sur la sélection des grains. La maquette étagée a un chanfrein étroit proche des conditions de soudage conventionnelles. Elle est dédiée à l'étude de l'influence de la $n^{\text{ième}}$ passe sur la $n+1^{\text{ième}}$ passe.

I. Analyses des expériences de soudage simple passe

1. Lignes de soudage

1.1. Macrographies des lignes de soudage

La Figure 4-1 montre les différentes macroographies obtenues sur les trois lignes de soudage dans le cas de la coupe transverse. L'attaque révèle parfaitement les structures de solidification issues du soudage. La position de l'interface MB/ZF est clairement mise en évidence.

Les trois interfaces ont des géométries différentes : l'interface sur la ligne 316LvsFM52 (Figure 4-1a) est plus courbée que celle engendrée par la ligne A600vsFM52, où le centre du cordon est relativement parallèle à l'horizontal (Figure 4-1b). Ceci est probablement induit par la différence de tension de surface entre l'alliage FM52 liquide et le 316L solide. L'effet de l'introduction d'hydrogène dans le gaz plasmagène est visible sur la Figure 4-1 c. L'hydrogène permet d'augmenter significativement le volume de matière fondue au cours du soudage du fait de la plus grande conductivité thermique du mélange argon-hydrogène par rapport à l'argon seul [4-1], d'où la différence de géométrie entre les interfaces MB/ZF des lignes présentées en Figure 4-1b et c.

L'autre information mise en exergue est la présence de la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) pour les lignes mettant en jeu l'A600. Au-delà d'une certaine distance par rapport à l'interface MB/ZF, la taille des grains du métal de base ne présente pas de grossissement (Figure 4-1b et c). En revanche, rien n'est observable dans le cas du 316L (Figure 4-1a).

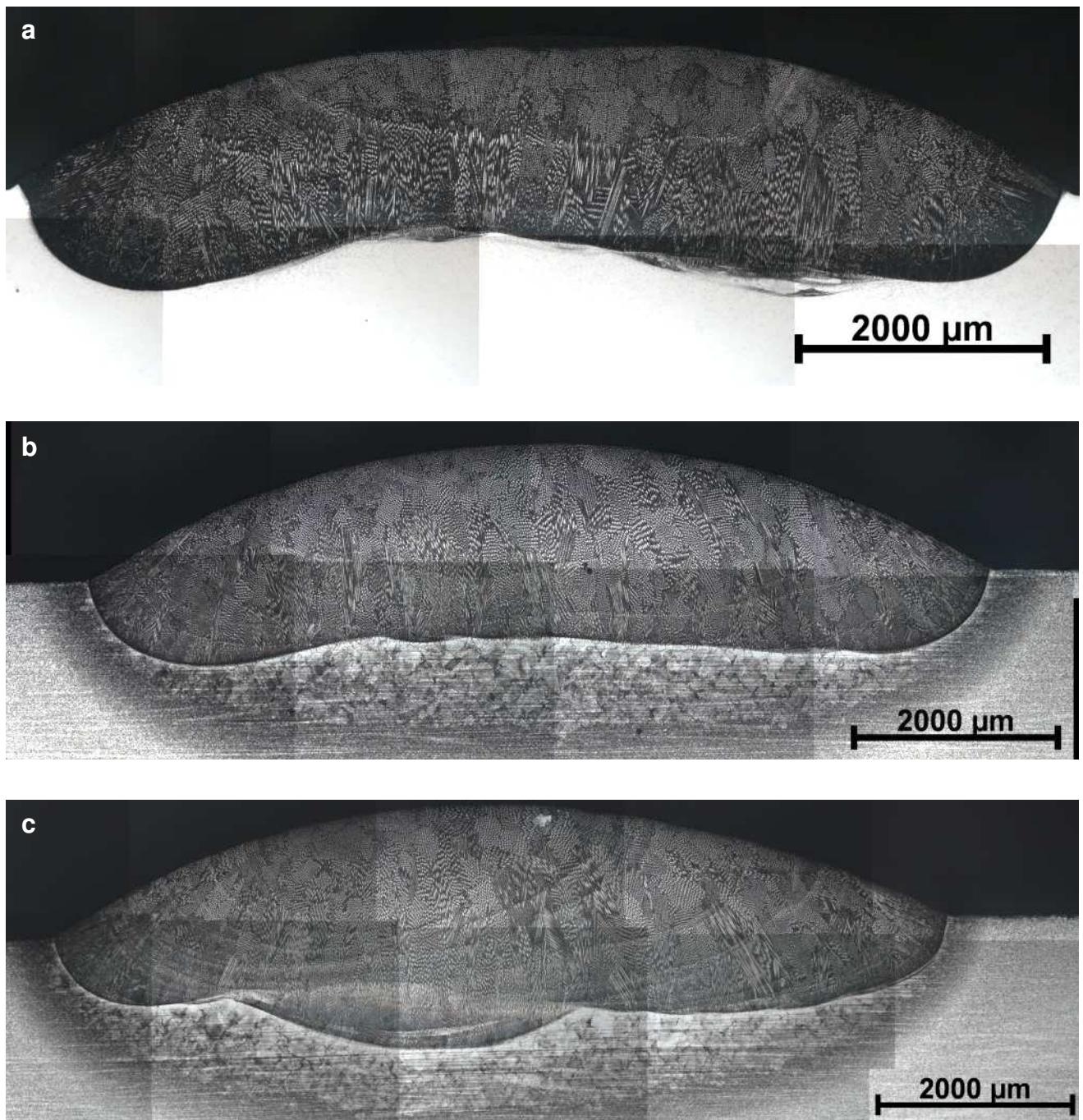


Figure 4-1 : Macrographies des trois lignes de soudage sur une coupe transverse, 316LvsFM52 (a), A600vsFM52 (b), A600vsFM52 + Hydrogène (c)

1.2. Ligne 316LvsFM52

1.2.1. Interface MB/ZF

Une observation de l'interface MB/ZF est donnée en Figure 4-2a. Dans cette configuration de soudage, un collier de ferrite squelettique d'une largeur d'environ 100 μm est présent sous la zone fondue (Figure 4-2b). À noter que le métal de base contient initialement 0,6% de ferrite.

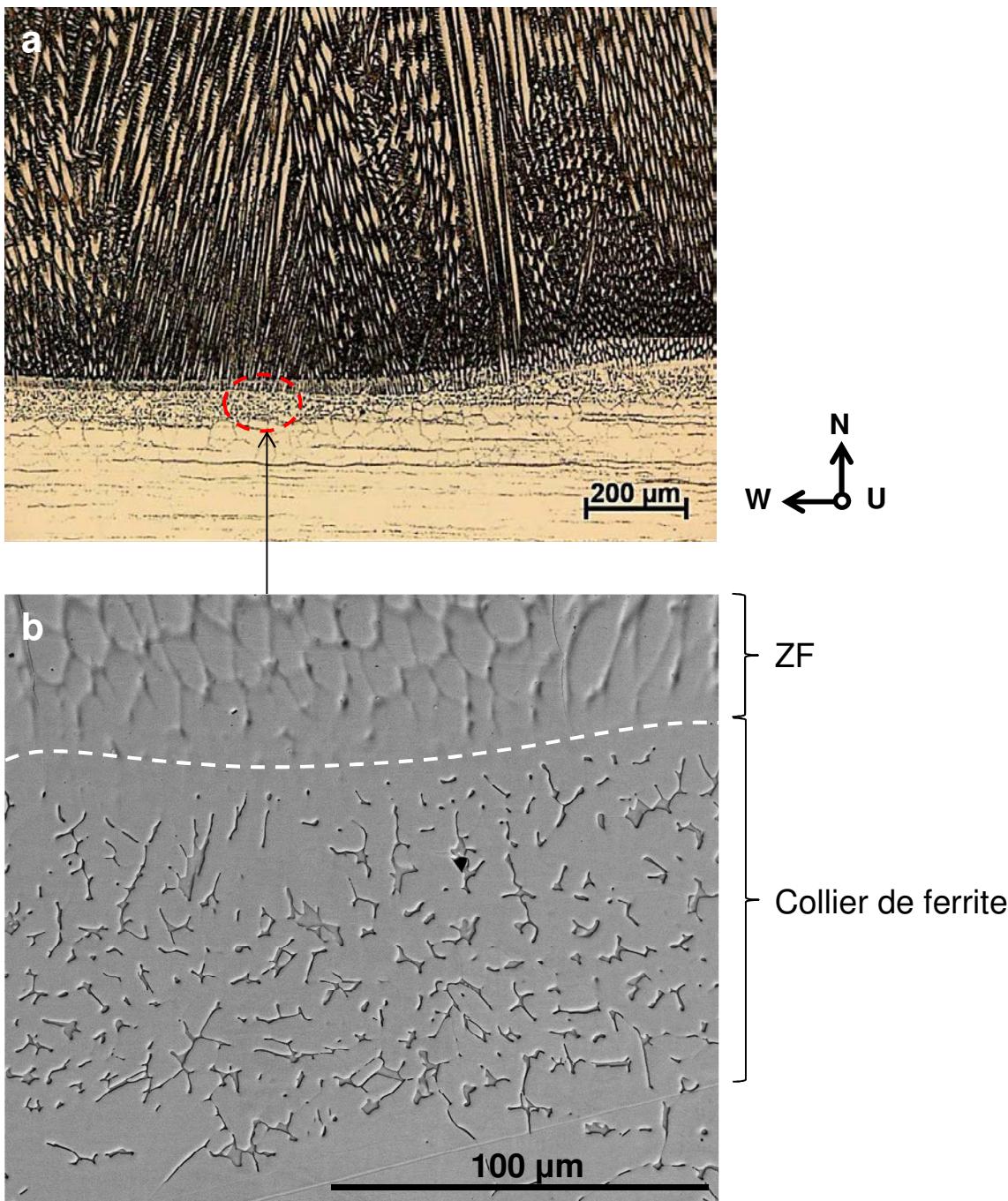


Figure 4-2 : (a) Interface MB/ZF observée au microscope optique et (b) collier de ferrite à l’interface MB/ZF de la ligne 316LvsFM52 observée au MEB, mode BSE (l’interface collier de ferrite/ZF est symbolisée par le pointillé)

L’interface MB/ZF dans le cas de la ligne 316LvsFM52 se situe au-dessus du collier de ferrite (Figure 4-2a et Figure 4-2b), comme observé par [4-2] dans une configuration de soudage similaire : 304LvsFM52. Comme deux phases sont présentes à l’interface, il est intéressant de savoir laquelle croît dans la zone fondue. Le Tableau 4-1 donne la composition moyenne en éléments majoritaires de la zone fondue de la ligne 316LvsFM52.

Tableau 4-1 : Composition moyenne de la zone fondue en pourcentage massique de la ligne 316LvsFM52 dosée par EDS pour les éléments majoritaires

	Ni	Cr	Fe
316Lvs FM52	41	25	34

Avec les données du Tableau 4-1, le chrome et le nickel équivalent sont respectivement égaux à 25,6% et 42,3%. Pour ces compositions, le diagramme de Schaeffer [4-3] donne une composition 100% austénitique. Ceci est confirmé par la cartographie EBSD en contraste de bande présentée en Figure 4-3 de la région collier de ferrite/ZF. Cette carte montre clairement la différence entre l'austénite et la ferrite. C'est donc bien l'austénite qui croît dans la ZF.

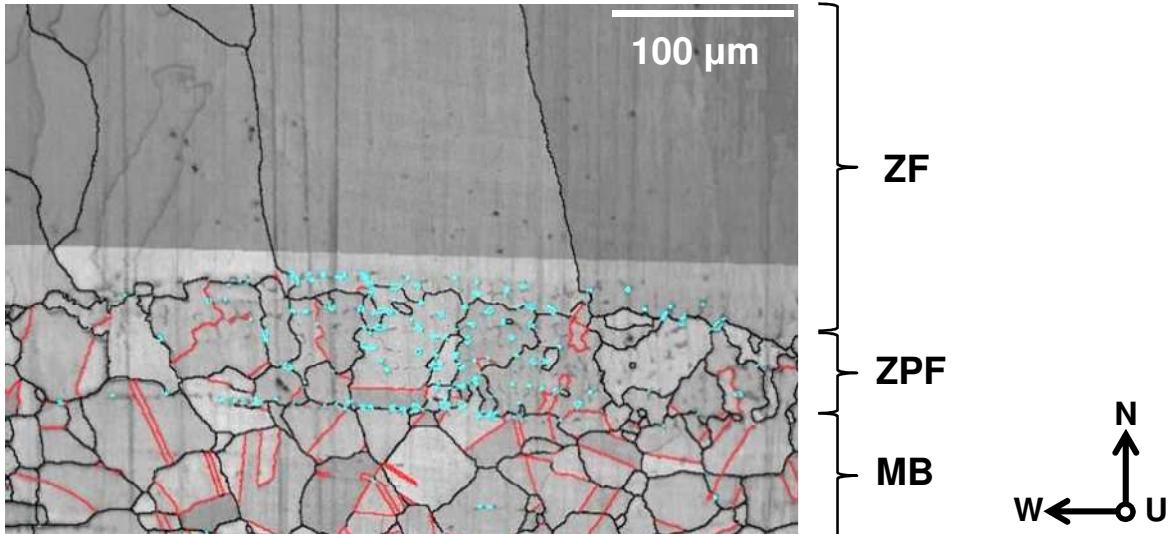


Figure 4-3 : Caractéristique de l'interface MB/ZF de la ligne 316L vs FM52 observée en EBSD en contraste de bande où la ferrite est indexée en bleu azur

La frontière entre la zone fondu et le métal de base n'est pas clairement visible (Figure 4-2). Dans des expériences de soudage mettant en jeu l'acier 304L, la même difficulté pour identifier les régions caractéristiques des soudures est mentionnée par [4-4]. Les auteurs identifient une région où les grains du métal de base sont partiellement refondus [4-4]. Sur la Figure 4-3, la zone fondu est facilement identifiable par la présence des grains de tailles importantes. Sur cette figure, la ferrite est présente en bleu azur, marquant sa position par rapport à la zone fondu. Il est intéressant de voir que les grains d'austénite situés dans le collier de ferrite présentent un aspect boursouflé. Les joints de grain ne sont plus rectilignes contrairement au métal de base. Il est donc probable que cette région soit l'objet d'une refusion partielle des grains. Cette zone sera appelée Zone Partiellement Fondu (ZPF). Malgré cette refusion, la taille moyenne des grains est identique dans le MB et dans la ZPF. Il n'y a d'ailleurs pas de grossissement des grains dans le MB.

L'absence de ZAT marquée dans l'austénite est également visible sur les cartes EBSD présentées par [4-4] dans le cas de l'acier inoxydable 304L. Ce phénomène est expliqué par la présence de l'azote dans ces nuances d'alliages (environ 0,1% massique) [4-5] qui stabilise la structure austénitique lors de cycles thermiques courts [4-3]. Akselsen et al [4-6] attribuent le blocage de la croissance des grains à l'efficacité de l'azote pour réduire ou même bloquer totalement la croissance des grains en diminuant l'énergie de surface des joints de grain σ .

1.2.2. Mécanisme de croissance

La Figure 4-3 révèle, une fois encore, que tous les grains présents dans la ZPF ne croissent pas dans la zone fondu. Pourtant, la Figure 4-4 montre bien que les grains croissent par épitaxie suivant la direction $<100>$. Ceci est bien mis en évidence par les deux grains cerclés de jaune (Figure 4-4a). L'orientation de ces deux grains est donnée en Figure 4-4c. Ces orientations

correspondent à la croissance <100> identifiée à l'aide de la Figure 4-4d. Les dendrites révélées par l'attaque électrolytique croissent bien suivant <100>. On notera que les dendrites des deux grains illustrant la croissance <100> (Figure 4-4) croissent à l'opposé de la source de chaleur.

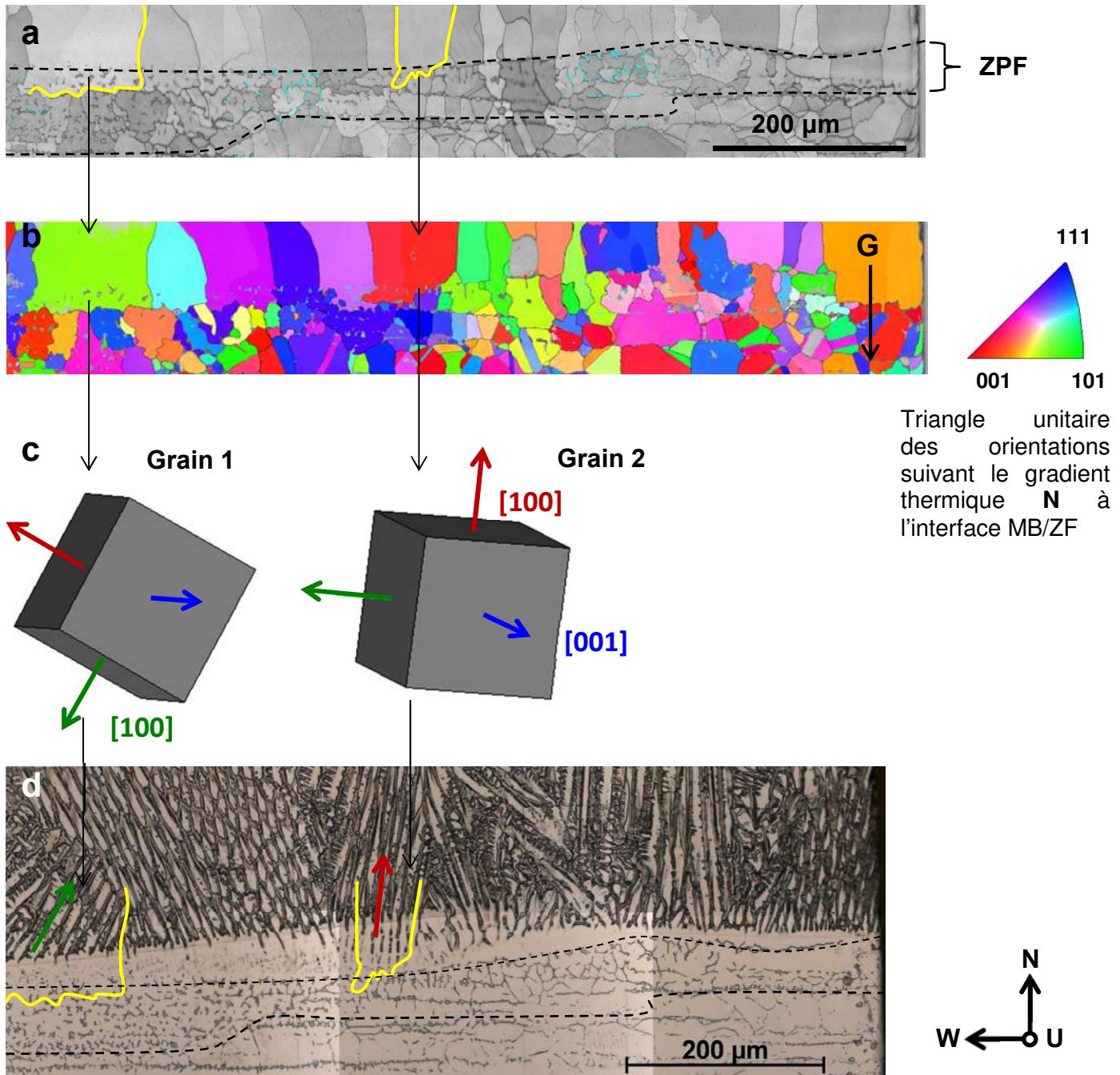


Figure 4-4 : Croissance épitaxiale à l'interface ZPF/ZF, ligne 316LvsFM52, (a) ESBD en contraste de bande, (b) EBSD en mode IPF suivant la direction **G**, (c) orientation des grains cerclés de jaune, (d) attaque électrolytique

Cependant, tous les grains de la ZPF ne croissent pas dans la zone fondue (Figure 4-4, a et c). Il y a donc un mécanisme de croissance épitaxiale différent de celui présenté au chapitre 1.

Dans certains cas, un grain occupe une grande partie de la ZPF au niveau de l'interface ZPF/ZF, comme le grain 1 (Figure 4-4a et c). Ce grain est pourtant mal orienté par rapport au gradient thermique à l'interface ZPF/ZF (Figure 4-4b et Figure 4-4c). La situation est encore plus spectaculaire où un grain mal orienté bloque instantanément la croissance d'autres grains mieux orientés par rapport au gradient thermique (Figure 4-5a et Figure 4-5b). La situation où des grains

bien orientés croissent au détriment des autres est également rencontrée (Figure 4-5c et Figure 4-5d). Ce phénomène de croissance peut bloquer un nombre conséquent de grains à l'interface. 10 grains sont ainsi bloqués dans le cas de la Figure 4-5c et de la Figure 4-5d.

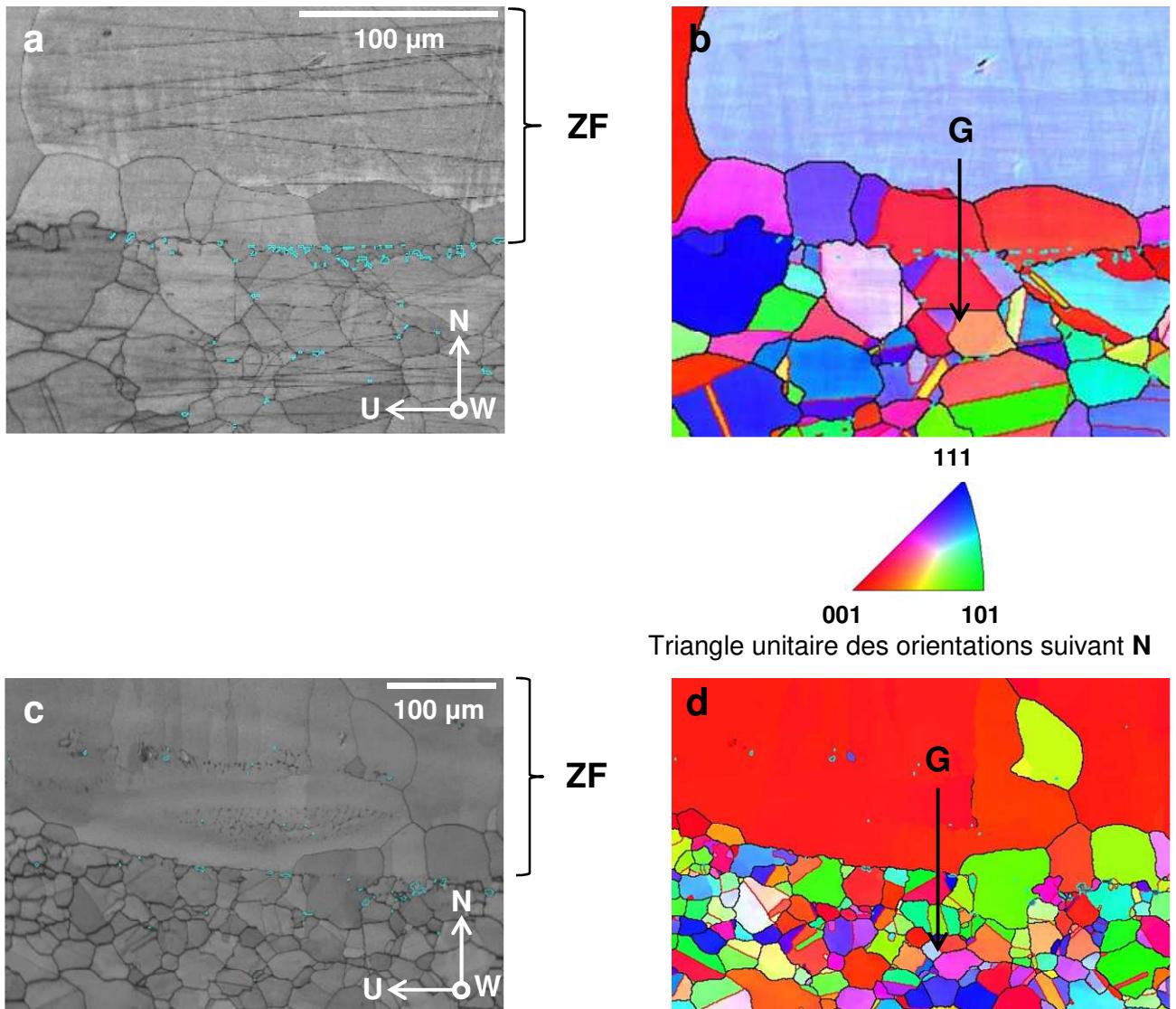


Figure 4-5 : Cartes EBSD illustrant la croissance anormale d'un grain défavorablement ((a) et (b)) et favorablement ((c) et (d)) alignés par rapport au gradient **G** : (a) et (c) contraste de bande, (b) et (d) mode IPF suivant la direction **G**

Pour résumer, une croissance épitaxiale est bien mise en évidence mais un deuxième phénomène se produit à l'interface, favorisant la croissance de certains grains, alignés ou non avec le gradient thermique.

Quelques hypothèses peuvent être formulées pour expliquer ce phénomène. Une refusion préférentielle ou un manque de mouillage local de certains grains pourraient engendrer ce type de croissance. Néanmoins, il est bien montré sur la Figure 4-5 que la ZPF est bien présente sur la totalité de la zone analysée. Les grains sont donc tous partiellement refondus. Par analogie avec la recristallisation, on pourrait définir un régime de croissance épitaxiale anormale des grains tel que certains grains « absorbent » leurs voisins. On peut voir un nombre conséquent de sous joints de grains (désorientation inférieure à 4°) sur les cartes EBSD en contraste de bande (Figure 4-4a et Figure 4-5a). De par le grand nombre de grains présents à l'interface ZPF/ZF, si quelques grains avec des orientations similaires sont localisés dans la ZPF, ceux-ci peuvent se rejoindre et former un

grain de taille conséquente. Enfin, on pourrait aussi émettre l'hypothèse que, localement, certains grains de la ZPF sont arrachés avant la solidification. Les grains restants voient leurs concurrents disparaître et peuvent ainsi croître sans limite. Ceci expliquerait l'absence de ZPF sur la Figure 4-5c et Figure 4-5d. Enfin, il ne faut pas oublier la présence de la ferrite à l'interface. À l'image de ce qui a été montré par Bobadilla et al [2-3], une compétition de croissance entre la ferrite et l'austénite pourrait avoir lieu à l'interface ZPF/ZF dans les premiers instants de la solidification. Si la température de liquidus de la ferrite est supérieure à celle de l'austénite, un front plan de ferrite pourrait se développer et bloquer la croissance de certains grains d'austénite.

1.3. Ligne A600vsFM52

La Figure 4-6 montre les interfaces MB/ZAT et ZAT/ZF dans le cas de la ligne A600vsFM52 avec hydrogène.

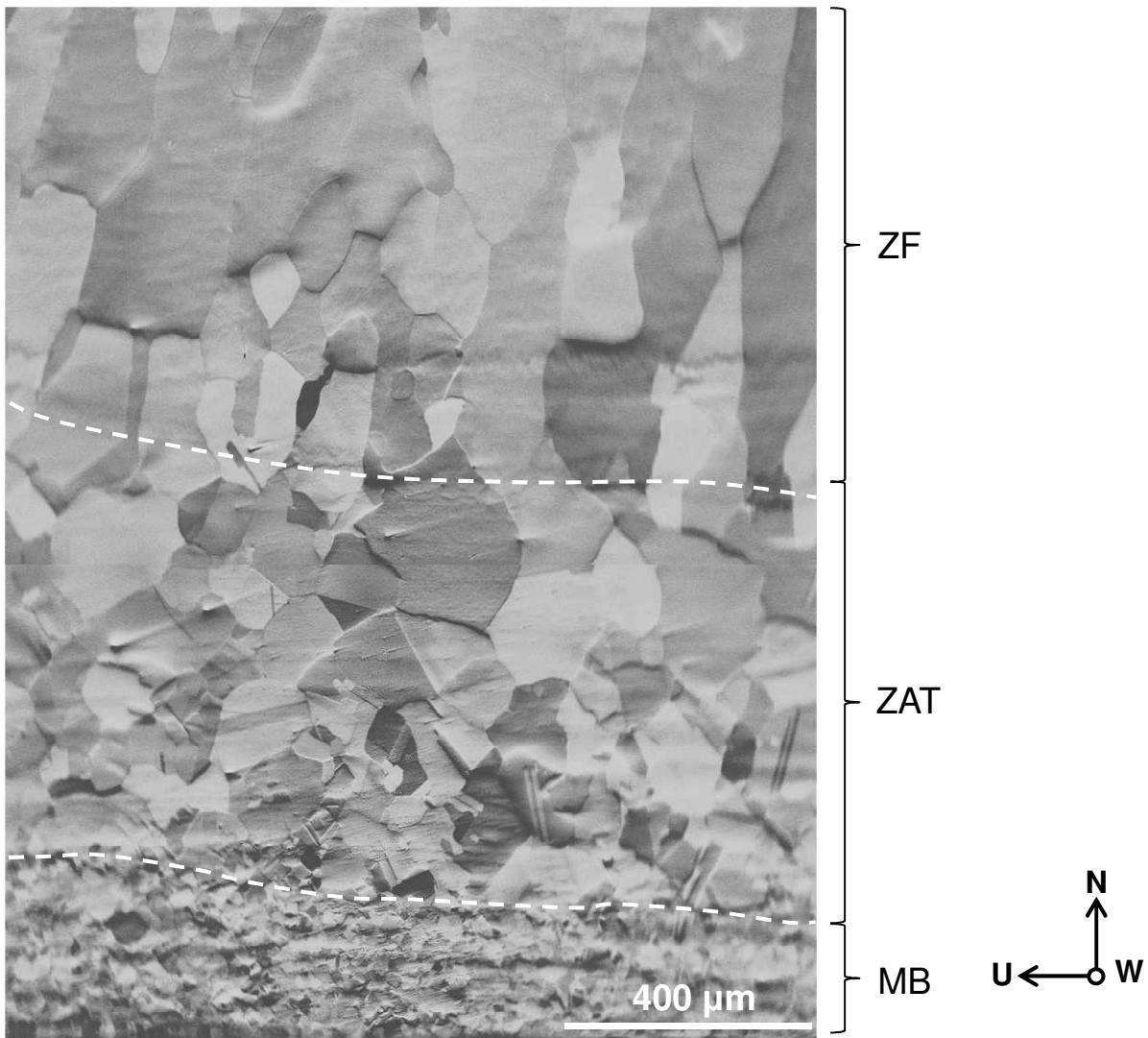


Figure 4-6 : Observation microscopique des grains à l'interface MB/ZF au MEB, mode SE, de la ligne de soudage A600vsFM52 + hydrogène. Les pointillés représentent les interfaces MB/ZAT et ZAT/ZF.

Les caractéristiques de l'interface de l'alliage A600 sont nettement différentes de celle de l'alliage 316L. D'abord, la taille des grains présente un gradient dans la ZAT. Plus les grains sont proches de l'interface ZAT/ZF, plus ces derniers sont de tailles importantes. Le contraste avec les petits grains du MB est saisissant. Ensuite, il semblerait que tous les grains présents à l'interface ZAT/MB

arrivent à croître dans la ZF. La refusion partielle d'un grain à l'interface entraîne sa croissance dans la zone fondu. Ceci est d'autant plus visible une fois l'attaque électrolytique effectuée (Figure 4-7). Le mécanisme de croissance identifié ici est bien celui de la croissance épitaxiale présenté au chapitre 1.

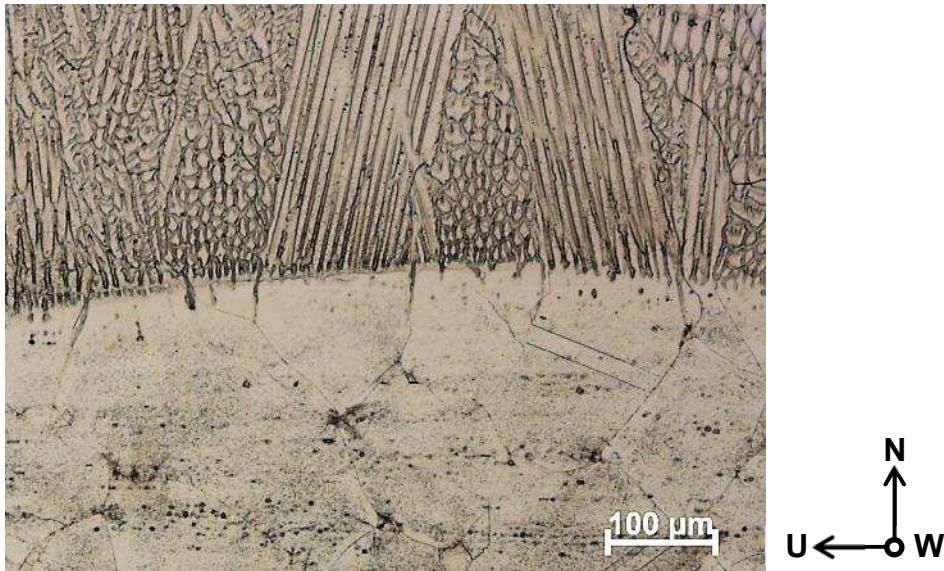


Figure 4-7 : Observation au microscope optique de l'interface ZAT/ZF dans le cas de la ligne A600vsFM52 après attaque électrolytique

Étant donné les compositions moyennes des zones fondues des lignes de soudage mettant en jeu l'alliage A600 (Tableau 4-2), il ne fait aucun doute que la phase qui croît dans la zone fondu est de l'austénite.

Tableau 4-2 : Compositions moyennes en pourcentage massique des zones fondues des lignes de soudage mettant en jeu l'alliage A600 dosées par EDS pour les éléments majoritaires

	Ni	Cr	Fe
A600vs FM52	68	22	9
A600vsFM52 + H₂	69	21	9

2. Cordon simple passe de la maquette étagée

La Figure 4-8a présente la macrographie en coupe transversale et la Figure 4-8b montre une image MEB de l'interface MB/ZF. La maquette étagée présente une ZAT, qui est cependant nettement moins prononcée que celle identifiée sur les lignes de A600, mais présente le même mode de croissance épitaxiale. La composition moyenne de la zone fondu est donnée dans le Tableau 4-3.

Tableau 4-3 : Composition moyenne de la zone fondu en pourcentage massique du cordon simple passe de la maquette étagée A690vsFM52 dosée par EDS pour des éléments majoritaires

	Ni	Cr	Fe
A690vs FM52	61	29	10

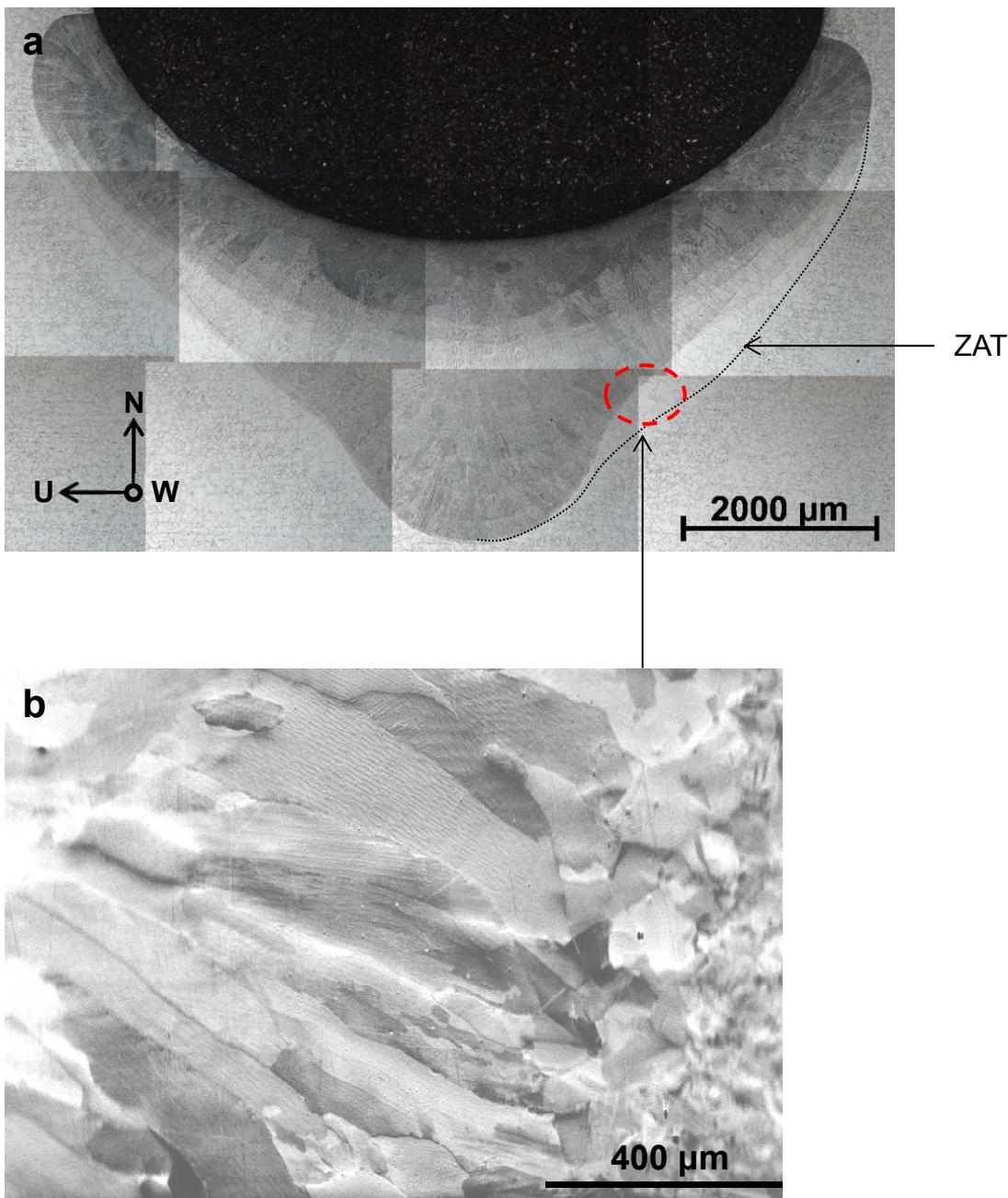


Figure 4-8 : Cordon simple passe de la maquette étagée en coupe transverse, (a) macrographie, (b) image MEB, mode SE de l'interface MB/ZF

3. Validité de la comparaison des résultats entre les expériences simple passe

Vu les microographies et la caractéristique particulière du 316L, il est intéressant de savoir si l'on peut comparer les résultats des caractérisations en termes de sélection de grains et de texture dans les zones fondues pour les deux lignes de soudage et le cordon simple passe de la maquette étagée.

Les conditions opératoires sont identiques pour toutes les configurations. Toutefois, la composition de la zone fondue est différente d'un cas à l'autre, ce qui implique une cinétique de solidification propre à chaque cas. Le Tableau 4-4 donne les températures caractéristiques de solidification des trois compositions évaluées dans les zones fondues de toutes les expériences de

soudage considérées comme des alliages ternaires ainsi que l'intervalle de solidification associé. Ces températures ont été évaluées avec la base de données TTNI8 de Thermocalc dans le cas d'un calcul de solidification à l'équilibre. Les deux lignes avec l'alliage A600 (avec et sans hydrogène) sont considérées comme étant identiques en termes de composition moyenne de la zone fondue (Tableau 4-2).

Tableau 4-4 : Caractéristiques thermiques des compositions moyennes des zones fondues pour les expériences de soudage simple passe dosées par EDS dans le cas des éléments majoritaires et mesures des λ_1

	T_{solidus} en °C	T_{liquidus} en °C	Intervalle de solidification	λ₁ en μm
316Lvs FM52	1435,8	1442,8	7	12,4
A600vsFM52	1426,4	1430,9	4,5	13
A690vsFM52	1408,9	1417	8,1	11

L'information principale du Tableau 4-4 est que les intervalles de solidification des trois alliages sont proches des 10°C mesurés par ATD pour l'alliage FM52. Avec les mêmes conditions de soudage, ceci implique que les zones pâteuses ont la même longueur. De plus, les espacements primaires mesurés dans les cordons sont semblables d'une expérience de soudage à l'autre. Ainsi, les surfusions sont du même ordre de grandeur dans toutes les configurations de soudage. Les résultats peuvent donc, a priori, être comparés.

4. Morphologie des grains en soudage

La Figure 4-9a et la Figure 4-9b comparent la morphologie des grains sur une coupe transverse et une coupe longitudinale dans le cas de ligne A600vsFM52. Comme on peut le voir sur la Figure 4-9 a, les grains de la zone fondue sont issus du métal de base et croissent de façon colonnaire. À une distance d'environ 1 mm de l'interface MB/ZF (Figure 4-9a, pointillés jaunes), les grains ont un aspect faisant penser à une transition colonnaire équiaxe. Néanmoins, la carte EBSD en mode longitudinal montre clairement qu'il s'agit toujours de grains colonnaires. On retrouve la forme des enveloppes des grains présentée dans le chapitre 1. Les grains suivent le gradient thermique pendant la solidification. Ils ont donc tendance à suivre des virages plus ou moins serrés jusqu'à ce qu'ils atteignent le sommet du cordon. Les grains du sommet du cordon sont donc coupés perpendiculairement à leur axe de croissance, d'où cet aspect équiaxe sur la coupe transverse. On peut donc penser que les grains qui croissent dans la ZF ont toujours un grain « père » situé dans le métal de base à l'interface MB/ZF.

La Figure 4-9c illustre les grains du cordon simple passe de la maquette étagée. Les observations sont les mêmes que celles de la plaque. La seule différence notable entre les deux cas est la forme du chanfrein, ce qui modifie la forme du bain. L'interface MB/ZF moyenne n'est plus orthogonale à **N** mais à **N'**, ce qui correspond à la direction **N** après la rotation d'un angle θ du repère **UNW** par rapport à l'axe **W**.

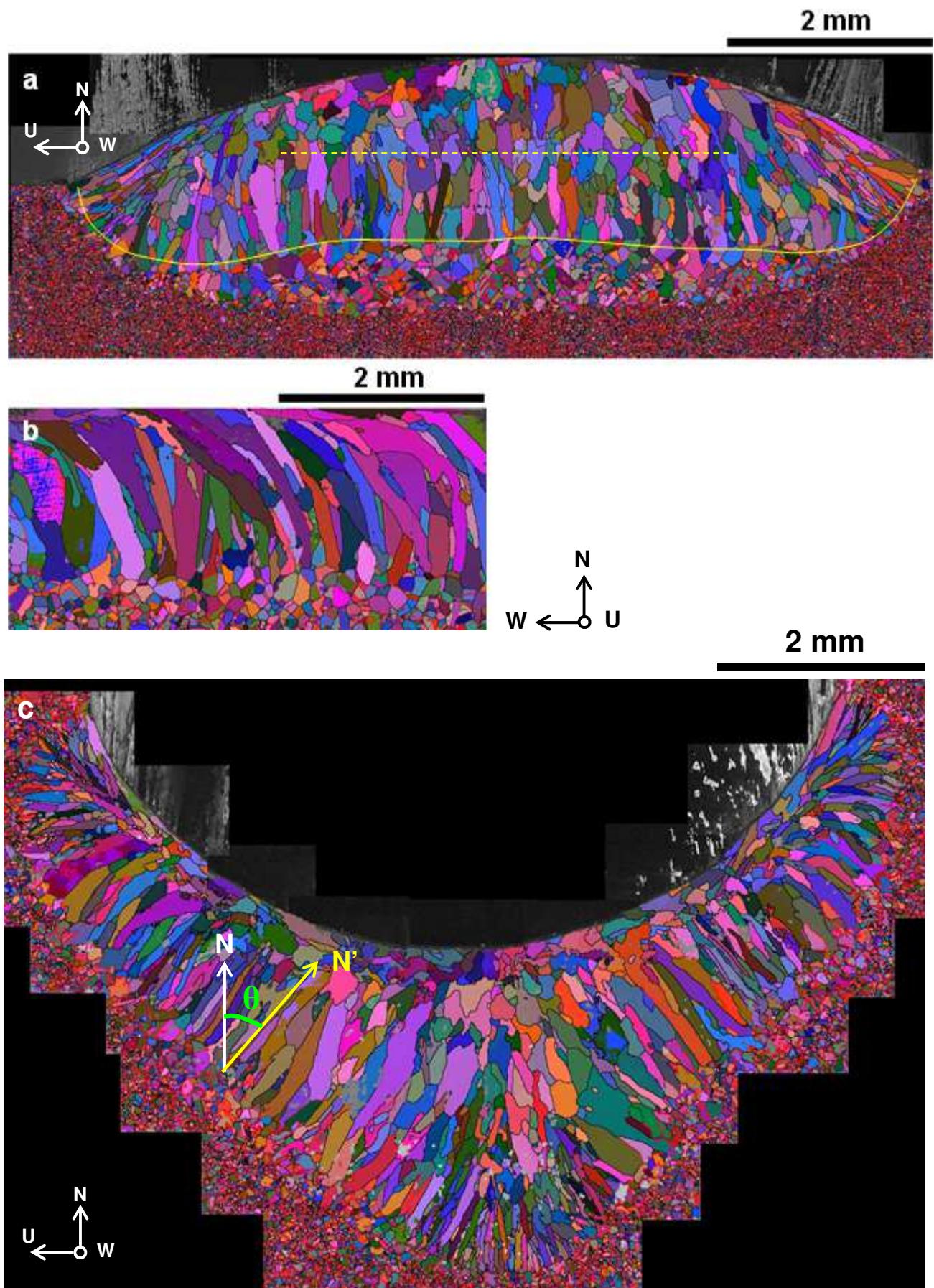


Figure 4-9 : Morphologie des grains dans la zone fondue dans le cas de la ligne A600vsFM52 en coupe transversale (a), en coupe longitudinale (b) et en coupe transversale pour le cordon 1 passe de la maquette étagée (c) observée sur des cartes EBSD en contraste d'orientation correspondant à la moyenne des 3 angles d'Euler. La ligne jaune représente la position de l'interface ZAT/ZF (a)

On a vu que le procédé de soudage engendre, dans le cas des alliages A600 et A690, un grossissement des grains de la matrice austénitique, donnant naissance à la ZAT. En revanche, rien de tel n'est observé dans l'alliage 316L. Il a été montré que les grains croissant dans la zone fondue trouvent leur origine à l'interface MB/ZF suite à la refusion partielle des grains situés à l'interface. Etant donné que les grains de la zone fondue sont issus des grains de la ZAT, il faut d'abord s'intéresser au phénomène de grossissement de grains à l'état solide. Le 316L n'est donc pas considéré. Une fois ce point abordé, il convient d'investiguer les mécanismes de croissance des grains, d'abord dans le cas des expériences simple passe, et enfin avec le procédé multi-passes.

II. Grossissement des grains à l'état solide

1. Modèle de grossissement des grains

La présence de la ZAT s'explique par le fait que, au-delà d'une certaine température, les grains croissent une fois que la mobilité des joints de grain est suffisante. Il faut distinguer deux types de croissances : la croissance normale et la croissance anormale des grains [4-8]. La croissance normale est associée à une croissance uniforme des grains tandis que la croissance anormale se produit lorsque la microstructure devient instable, favorisant ainsi la croissance de gros grains déjà présents dans la microstructure au détriment des plus petits.

Le modèle de croissance normale le plus simple a été proposé par Burke et Turnbull [4-9]. Il met en jeu une loi de croissance parabolique présentée dans l'équation (4-1) et suppose des grains parfaitement sphériques.

$$D_y^2 - D_{y0}^2 = c_1 * t \quad (4-1)$$

Dans cette relation, D_y représente le diamètre moyen des grains, D_{y0} le diamètre moyen des grains avant le grossissement, c_1 est une constante qui dépend de la température et de l'énergie de surface des joints de grain σ et t est le temps. L'équation (4-1) est en fait issue de l'intégration de l'équation (4-2) par rapport au temps. Cette équation exprime la vitesse de déplacement du joint de grains v_{GB} comme le produit de la mobilité du joint de grain M et de la force motrice P de déplacement des joints de grains homogène à une pression. Cette force motrice est donnée par l'équation (4-3).

$$v_{GB} = \frac{dD_y}{dt} = 2 * M * P \quad (4-2)$$

$$P = 4 * \frac{\sigma}{D_y} \quad (4-3)$$

Dans le cas de la présence de particules sphériques réparties aux joints de grains de diamètre r_y de fraction volumique f aux joints de grains, Zener trouve que la contrainte P_z s'exerçant sur le joint de grain par les particules s'exprime par la relation (4-4). Dans ce cas, l'expression de v_{GB} est modifiée selon l'équation (4-5).

$$P_z = \frac{3 * f * \sigma_{matrice/précipité}}{4r_y} \quad (4-4)$$

$$v_{GB} = M * (P - P_z) \quad (4-5)$$

S'il y a présence de particules aux joints de grains, il y a deux cas à distinguer [4-10]. D'abord, lorsque $P < P_z$, la vitesse v_{GB} est proche de 0. Ensuite, lorsque la pression $P > P_z$, le joint de grains se libère des particules et la vitesse est bien pilotée par l'équation (4-2). L'évolution de v_{GB} en fonction de P présente donc une discontinuité lorsque $P = P_z$. Il a été vu que les alliages A600 et A690 présentent des carbures de chrome répartis aux joints de grains. Il est donc nécessaire d'en tenir compte pour expliquer au mieux la formation de la ZAT.

2. Mobilité du joint de grains

L'expression de la mobilité M dépend de la désorientation entre les grains concernés par le grossissement. Humphreys [4-10] distingue trois cas : les faibles désorientations comprises entre 0° et 10° , les désorientations moyennes comprises entre 10° et 20° et enfin les fortes désorientations supérieures à 20° . L'allure générale de la variation de la mobilité du joint de grain en fonction de la désorientation entre deux grains voisins est donnée en Figure 4-10.

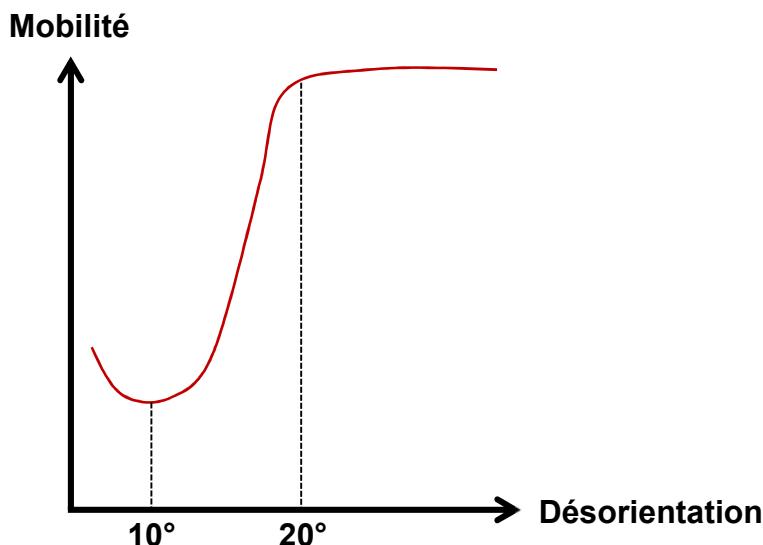


Figure 4-10 : Evolution de la mobilité des joints de grain en fonction la désorientation entre deux grains voisins [4-10]

Au-delà de 20° de désorientation entre les grains, la mobilité est indépendante de la désorientation, laissant court à un grossissement des grains aléatoire. À la différence des deux autres cas où la mobilité est gouvernée par les dislocations, le mécanisme gouvernant le grossissement des grains pour les fortes désorientations est la diffusion des atomes aux joints de grain. Dans ce cas, la mobilité s'exprime par une loi d'Arrhenius donnée en (4-6) où M_0 est le terme pré-exponentiel de la mobilité et Q l'énergie d'activation nécessaire aux atomes pour passer d'un grain A à un grain B en J/mol.

$$M = M_0 * \exp\left(-\frac{Q}{R_g * T}\right) \text{ en } m^4 J^{-1} s^{-1} \quad (4-6)$$

Pour vérifier si le grossissement est bien piloté par la diffusion, il convient d'étudier le grossissement des grains de l'alliage A600. Les travaux de Li et al [4-11] étudient l'effet de la taille de grains de l'alliage A600 sur les propriétés tribologiques. Ils ont donc recours à des traitements thermiques isothermes pour faire grossir les grains. Dans ces conditions, la température est indépendante du temps. L'équation (4-2) s'intègre facilement et devient (4-7) en considérant $P_z = 0$.

$$D_y^2 - D_{y0}^2 = 16 * \sigma * t * M_0 * \exp\left(-\frac{Q}{R_g * T}\right) \quad (4-7)$$

En choisissant $\sigma = 0,7 \text{ J.m}^{-2}$ [4-12] et en utilisant les tailles moyennes des grains mesurées par [4-11], il vient $M_0 = 7655 \text{ m}^4 \text{ J}^{-1} \text{ s}^{-1}$ et $Q = 432 * 10^3 \text{ J/mol}$.

Il est donc raisonnable de penser que la diffusion aux joints de grain contrôle le grossissement des grains dans le cas de l'alliage A600. Ce grossissement ne dépendrait donc pas de la désorientation entre les grains. Il en est probablement de même pour l'alliage A690 dont la composition est relativement proche de celle de l'alliage A600.

3. Formation de la ZAT en soudage

3.1. Données bibliographiques

Le grossissement des grains des alliages A600 et A690 a été étudié par [4-13] au cours de traitements thermiques. Dans le cas d'un cycle complet de soudage, des expériences de Gleeble ont été menées de façon à reproduire le cycle thermique du soudage [4-14].

Le grossissement débute lorsque la température atteinte dans le métal est telle que la pression P est supérieure à P_z . D'après les travaux de Noecker et Dupont [4-14], la croissance des grains débute lorsque les carbures de chrome aux joints de grain sont totalement dissous dans la matrice. La température de solvus de ces carbures est de 1015°C pour l'alliage A600 et 1075°C pour l'alliage A690. Ces données sont calculées à l'aide du logiciel JmatPro. Il ne s'agit donc pas de valeurs expérimentales. Néanmoins, Diano et al [4-13] n'observent pas de grossissement des grains lorsque la température des essais de maintien isotherme ne dépasse pas 1000°C . Pour l'alliage A600, Li et al [4-11] ne remarquent pas de grossissement si la température est inférieure à 960°C . Il semble donc que le grossissement est absent si la température ne dépasse pas la température de dissolution des carbures.

Les essais de Gleeble sur les alliages A600 et A690 en cycle de soudage se déroulent selon le schéma illustré en Figure 4-11 [4-14]. Les échantillons « chauffés » subissent une montée en température à 111°C/s jusqu'à atteindre la température désirée pour l'essai. Les échantillons « refroidis » suivent la même rampe jusqu'à une température de 1327°C , puis sont refroidis à 50°C/s .

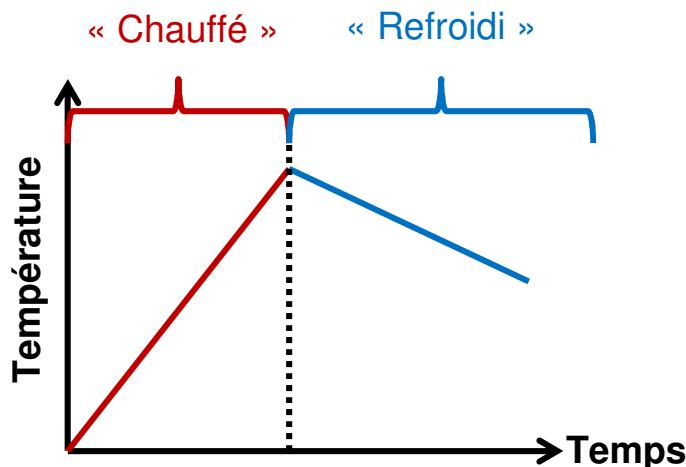


Figure 4-11 : Cycle thermique et appellation des échantillons [4-14]

Les essais sont aux nombre de cinq : deux essais sur le cycle « chauffé » à 1015°C et 1327°C et trois essais sur le cycle « refroidi » à 1015°C, 871°C et 593°C. La taille des grains est mesurée pour chaque essai. La Figure 4-12 superpose les données issues de [4-14] et les résultats issus du modèle de grossissement des grains en croissance normale dans le cas de l'alliage A600.

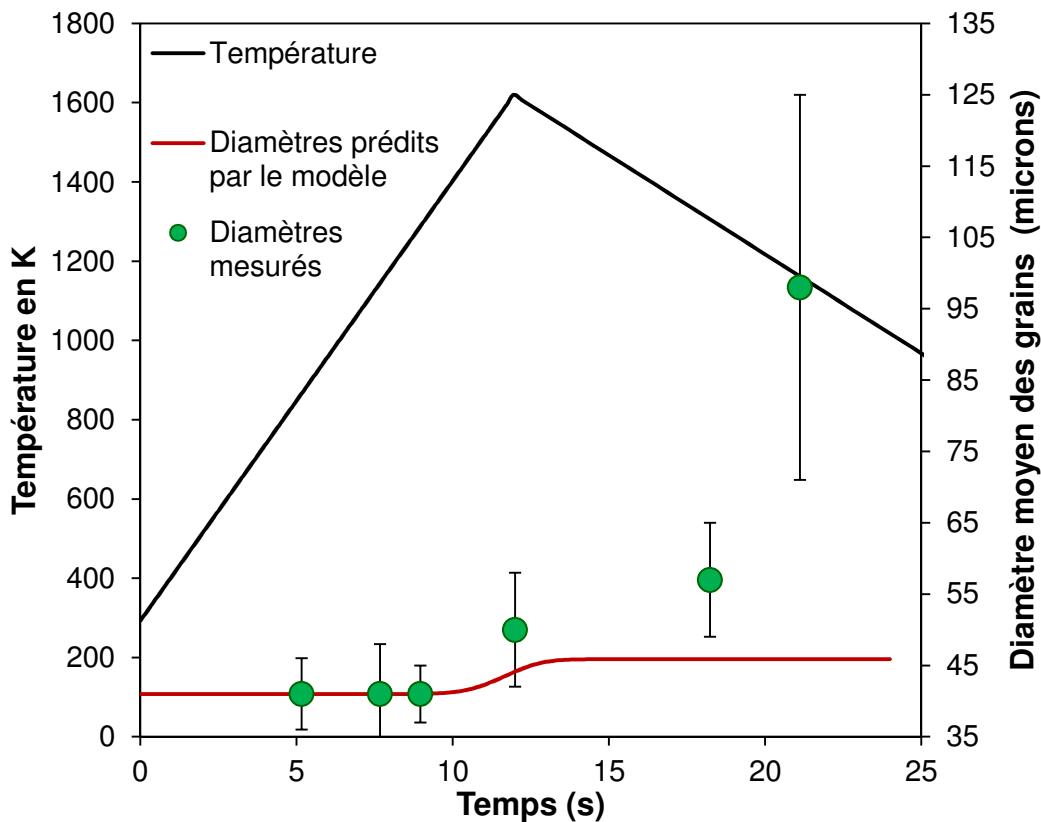


Figure 4-12 : Comparaison de l'évolution de la taille moyenne des grains entre les résultats donnés par [4-14] et le modèle de croissance normale des grains dans le cas de l'alliage A600

On constate que la taille des grains donnée par [4-14] augmente de façon modérée à partir de 1000°C environ et reste stable jusqu'à 18 secondes avant que cette dernière n'explose une fois la température passée sous les 1000°C sur le cycle de refroidissement (c'est-à-dire sous la température de solvus des carbures). Comme on peut le voir sur la Figure 4-12, le modèle de croissance des

grains donne un très bon ordre de grandeur de la taille moyenne des grains mesurée jusqu'au point situé à 18 secondes. La dispersion présente pour les mesures effectuées au-delà de 1000°C pour le cycle de refroidissement est très importante, ce qui pourrait indiquer la présence d'une croissance anormale des grains. D'ailleurs, la dissolution de précipités aux joints de grain est souvent associée à l'apparition de ce mode de croissance [4-10]. Ce phénomène induit des microstructures caractéristiques comme illustré par la Figure 4-13 où des îlots de petits grains sont entourés de grains dont la taille est imposante.

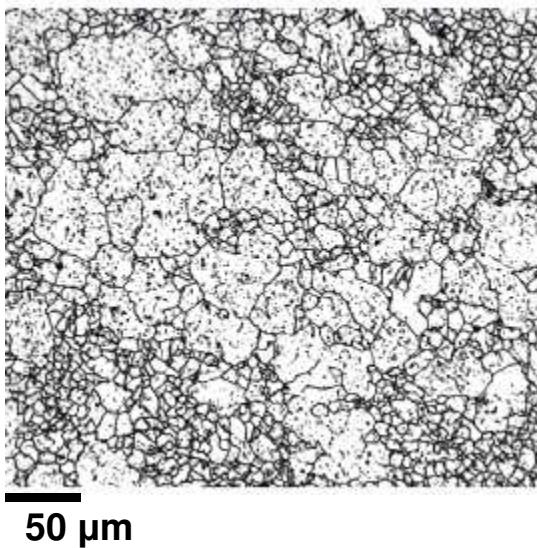


Figure 4-13 : Microstructure après croissance anormale des grains dans l'inconel 718 [4-15]

Ce type de microstructure n'a pas été observé dans les expériences de soudage. Plus les grains sont proches de la ZAT, plus leurs tailles sont importantes, mais pour une distance par rapport à la l'interface MB/ZF donnée, la taille des grains est homogène. La croissance se produirait donc pendant le soudage. Ce modèle de croissance normale est utilisé par [4-16], [4-17] et [4-18] pour modéliser la croissance des grains pendant le soudage et les résultats sont en accord avec les expériences.

Il faut préciser que la modélisation du grossissement des grains nécessite de nombreux paramètres, notamment avec la présence de particules aux joints de grain. Il faut également signaler que la répartition de ces particules à l'état de réception doit être caractérisée finement avant de procéder aux essais de grossissement. Si les particules sont discrètes et réparties de façon homogène aux joints de grain, la pression exercée par ces particules sera différente de celle de gros précipités répartis de façon sporadique aux joints de grain. Ceci est d'ailleurs invoqué par [4-14] pour expliquer la dispersion sur la mesure de la taille des grains. Il faut aussi s'interroger sur la dissolution et la re-précipitation des carbures [4-16] dans la matrice d'austénite. Si la cinétique de dissolution semble ne pas avoir un impact significatif sur le grossissement des grains, il serait intéressant de savoir comment précipitent les carbures pendant le cycle de refroidissement une fois que la température est inférieure à 1000°C. Si la re-précipitation se produit de façon homogène aux joints de grain, le grossissement des grains devrait s'arrêter. Cette situation n'est pas observée. La re-précipitation des carbures aux joints de grain est hétérogène, entraînant la croissance importante de certains grains [4-14].

3.2. Données expérimentales et thermiques SYSWELD

Lors de la réalisation des expériences de soudage, aucun thermocouple n'était inséré dans les plaques pour suivre l'évolution de la température dans la ZAT pour des distances ZAT/ZF différentes. Néanmoins, la modélisation des expériences de soudage par SYSWELD permet d'obtenir ces données. La variation de la température au cours du temps pour trois points de la ZAT est donnée en Figure 4-14. Ces points sont situés dans le plan NW médian à la zone fondue à une coordonnée W constante. Les trois points sont situés à 0,2, 0,6 et 1mm sous l'isotherme à 1379°C (température de solidus de l'alliage FM52) qui définit la position de l'interface ZAT/ZF.

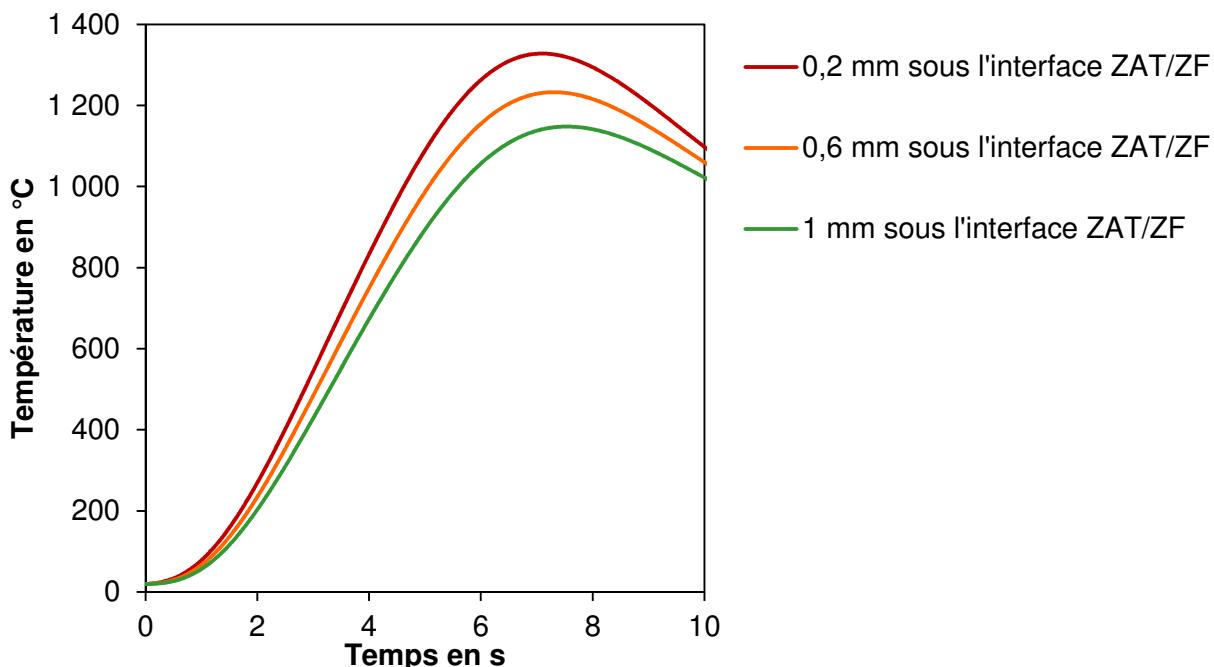


Figure 4-14 : Variations temporelles de la température en trois points de la ZAT données par SYSWELD

Plus le point est proche de l'interface ZAT/ZF, plus la température maximale atteinte dans le matériau est élevée. Il en résulte une taille moyenne des grains différente pour chaque cycle thermique, d'où le gradient de taille des grains rencontré dans la ZAT dans le cas des alliages A600.

Ces trois évolutions de température sont introduites dans l'équation pilotant le grossissement normal des grains. Dans le cas de l'expérience de soudage A600vsFM52, le diamètre initial des grains est de 20 μm . Différentes énergies d'activation ont été utilisées dans le modèle de grossissement de grains : celle déterminée avec les données de Li et al [4-11] ($Q = 432 \text{ kJ/mol}$) ainsi que deux autres valeurs choisies arbitrairement. Les résultats issus du modèle pour les trois énergies d'activation utilisées ainsi que l'évolution de la taille des grains dans la ZAT de la ligne A600vsFM52 (mesurée par EBSD) sont donnés en Figure 4-15.

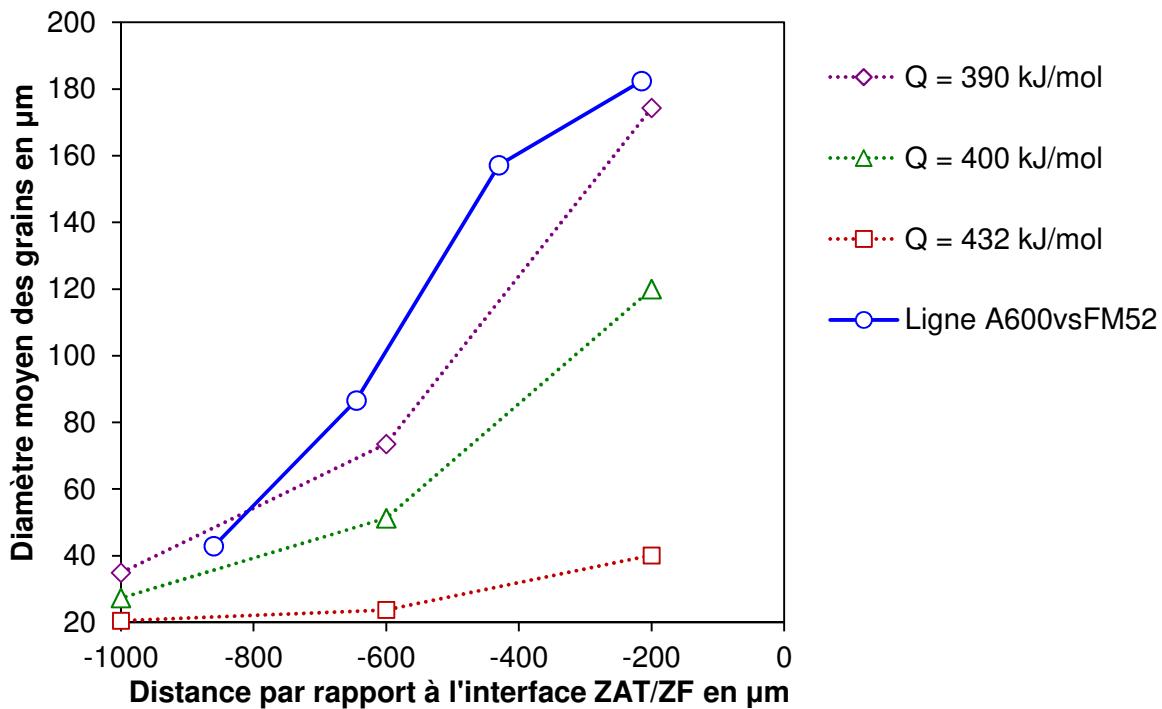


Figure 4-15 : Comparaison modèle/expérience de l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction de la distance à l'interface ZAT/ZF pour la ligne A600vsFM52

Les résultats donnés par le modèle de croissance normale varient énormément en fonction de l'énergie d'activation. Avec la valeur trouvée en utilisant les résultats de Li et al [4-11], le grossissement de grains est sous-estimé d'un facteur 4 par rapport à la ligne A600vsFM52. En modifiant légèrement l'énergie d'activation, le modèle correspond bien aux mesures, excepté pour le point à 1mm de l'interface MB/ZF puisque la présence des carbures n'est pas prise en compte dans le modèle.

Des expériences complémentaires sont nécessaires pour modéliser le grossissement des grains. Il faudrait caractériser l'état des carbures avant le soudage et identifier l'influence d'un métal d'apport de composition chimique différente du métal de base. Le procédé de soudage va générer de la diffusion dans la ZAT, modifiant ainsi la composition chimique de cette région, donc la mobilité des joints de grain.

Il est donc difficile de pouvoir modéliser proprement le grossissement des grains de ces alliages. Néanmoins, ce paragraphe a mis en évidence que le grossissement de grains se produisant dans le ZAT est aléatoire (gouverné par la diffusion aux joints de grain). Maintenant que le mécanisme de la formation de la ZAT est connu, il faut s'intéresser au développement des structures de solidification en soudage.

III. Analyses EBSD des expériences de soudage simple passe

1. Direction de croissance des dendrites

1.1. Identification expérimentale

La difficulté majeure associée au soudage est la variation du gradient thermique au cours de la solidification. Or, la sélection s'effectue par rapport au gradient. Il convient donc de choisir le vecteur gradient le plus approprié. Etant donné que la croissance débute à l'interface, il est raisonnable de penser qu'il s'agit du gradient au fond du bain, c'est-à-dire colinéaire à la normale à l'interface MB/ZF. La sélection des grains s'effectuerait donc suivant la désorientation entre la normale à l'interface MB/ZF au fond du bain (direction **N**) et une direction $<100>$ des grains à l'interface MB/ZF.

La Figure 4-16a donne le contraste d'orientation des grains de la ligne A600vsFM52 en coupe longitudinale dans la direction $<100>$ par rapport à la direction **N**. Les grains présentent toute la palette de couleurs du triangle unitaire des orientations, donnant l'impression d'avoir une croissance totalement aléatoire dans la ZF, c'est-à-dire sans sélection des grains.

La Figure 4-16 superpose l'analyse EBSD et l'analyse classique au MEB réalisée après l'attaque électrochimique de la même surface. En choisissant un grain « mal orienté », c'est-à-dire un grain dont la direction $<100>$ n'est pas colinéaire à **N** sur la carte EBSD, l'observation du même grain avant et après attaque électrolytique permet d'identifier la direction de croissance de ce grain. Comme on peut le voir sur la Figure 4-16, le grain sélectionné pour l'exemple a une direction $<110>$ parallèle à **N** (Figure 4-16b). Une fois la structure dendritique révélée, la direction de croissance est clairement identifiée : il s'agit de la direction géométrique colinéaire à l'axe des bras primaires de la famille de dendrites définissant le grain (Figure 4-16c). Dans ce cas, la direction de croissance est parallèle à la direction $<100>$ du grain. Le grain croît bien suivant la direction $<100>$ même si il est désorienté par rapport au gradient thermique à l'interface ZAT/ZF.

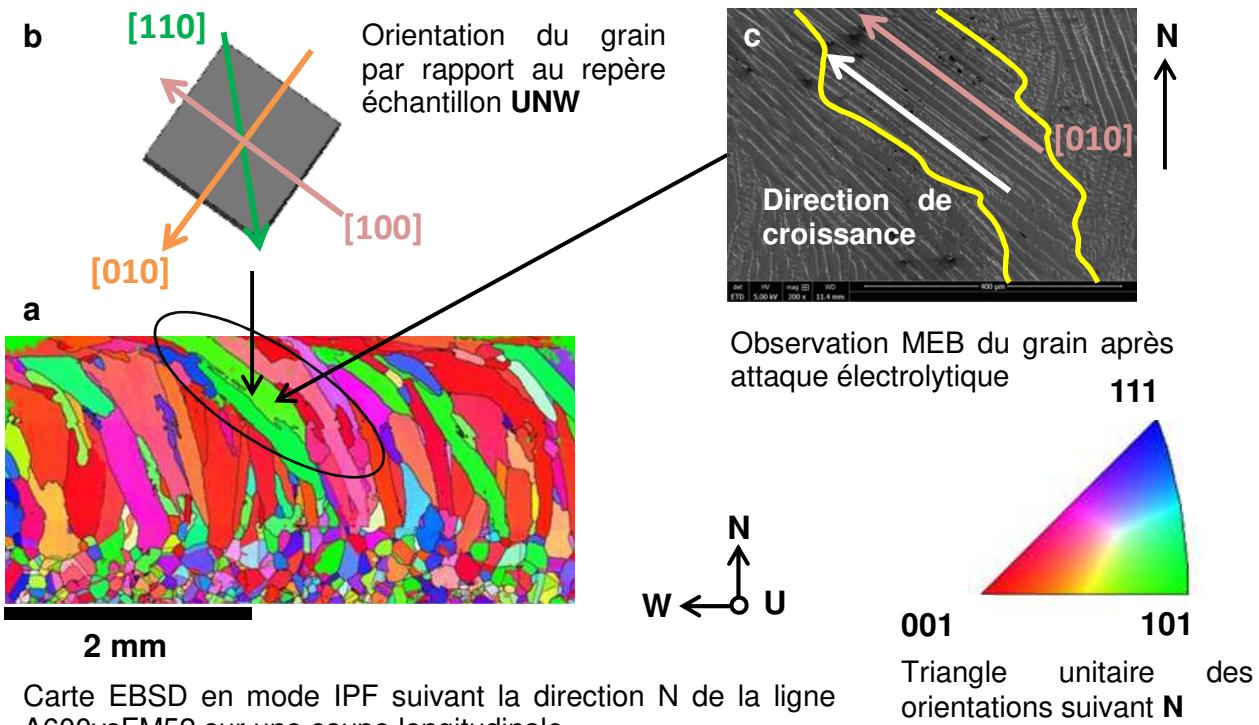


Figure 4-16 : Identification des directions de croissance cristalline

Ces simples observations mettent en évidence que le concept de grain « bien orienté » par rapport au gradient et la notion de sélection de grains ne sont pas limpides. D'une façon générale, il est retenu que la sélection des grains s'effectue rapidement en soudage. La raison invoquée est que la taille des grains est très petite devant la dimension du soudage [4-19]. C'est d'ailleurs l'hypothèse faite par le modèle MINA. Or, d'après ce qui précède, il semble évident que ce n'est pas le cas. En solidification dirigée, quelques travaux [4-21], [4-22] montrent que la sélection des grains est terminée entre 0,75 et 1,2 mm. Il s'agit d'un ordre de grandeur car les paramètres opératoires et le procédé (gradient non constant en soudage) modifie probablement la sélection de grains.

Dans ce travail, il a été envisagé de recourir à une expérience de chute de goutte sur un monocristal d'alliage A600 pour étudier le rôle de la désorientation Θ entre le gradient thermique \mathbf{G} et la direction cristalline de croissance $<100>$. Cette expérience n'a pu être menée faute de temps mais la méthode de fabrication du monocristal a pu être menée à bien et fait l'objet de l'**ANNEXE D**. L'**ANNEXE E** détaille le principe de l'expérience de chute de goutte ainsi que les paramètres opératoires utilisés.

1.2. Méthode de dépliage du gradient thermique

Pour vérifier que le gradient thermique du fond du bain est bien normal à l'interface MB/ZF, une méthode de traitement des angles d'Euler a été développée. Le but étant de recalculer des angles d'Euler pour faire coïncider une direction géométrique du repère UNW avec la normale à l'interface définie par la direction \mathbf{N}' . Le gradient à l'interface est ainsi déplié et est contenu dans un plan.

La Figure 4-17 décrit le principe de la méthode utilisée pour déplier le gradient le long de l'interface MB/ZF.

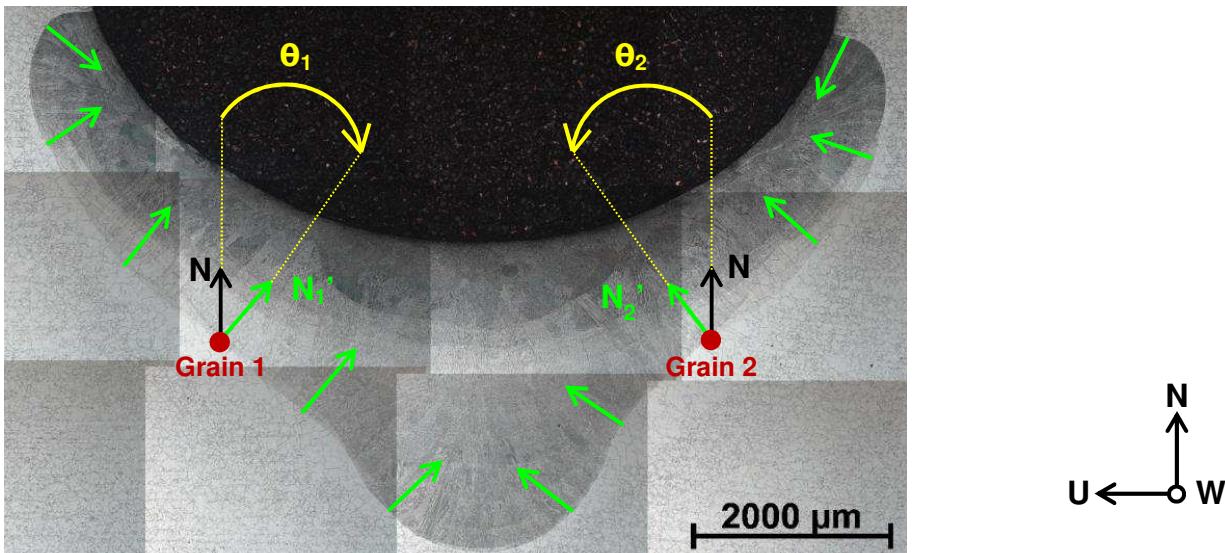


Figure 4-17 : Descriptif de la méthode de changement de repère pour déplier le gradient thermique le long de l'interface MB/ZF sur le cordon une passe de la maquette étagée en coupe transverse

Comme on l'a vu précédemment, la position de l'interface MB/ZF est mise en évidence par l'attaque électrolytique. Avec l'EBSD, l'orientation cristalline des grains est connue. En considérant le gradient thermique comme étant normal à l'interface MB/ZF, les grains qui croissent sont ceux dont une des directions $<100>$ est proche du gradient, c'est-à-dire normale à l'interface. Les orientations issues de l'EBSD sont toutes données dans le repère UNW. Pour montrer une texture des grains situés à l'interface MB/ZF, il faut calculer les angles d'Euler de chaque grain à l'interface de telle sorte que la normale à l'interface (i.e le gradient thermique) soit colinéaire avec une direction du nouveau repère échantillon $U'N'W$.

La méthode est la suivante. D'abord, il faut identifier les directions N' des grains présents à l'interface (flèches vertes sur la Figure 4-17). Ensuite, pour chaque grain i , l'angle θ entre la direction N du repère UNW et N'_i est mesuré. Cet angle définit la matrice de rotation suivant la direction W qui permet de transformer les angles d'Euler du repère UNW en angles d'Euler dans le nouveau repère $U'_iN'_iW$ propre à chaque grain i . Ainsi, N'_i est la normale par rapport à l'interface, U'_i est la direction tangente à l'interface MB/ZF et W ne change pas puisque la rotation s'effectue autour de cette direction. Deux exemples sont illustrés sur la Figure 4-17 où le sens de rotation est indirect sur la partie gauche de la micrographie (point A Figure 4-17) et direct sur la partie droite (point B Figure 4-17). Une fois l'opération effectuée pour chaque grain, les orientations sont regroupées dans le même fichier. Est ainsi obtenu l'ensemble des orientations des grains à l'interface MB/ZF dans le repère $U'N'W$ où le gradient thermique est contenu dans le plan $U'N'$. Les calculs matriciels utilisés pour réaliser cette opération sont détaillés en ANNEXE F.

Cette méthode d'analyse des résultats EBSD est seulement mise en œuvre sur les coupes transverses puisque, sur les coupes longitudinales des lignes de refusion, $N' = N$ à l'interface MB/ZF. Le prochain paragraphe présente les résultats du dépliage du gradient sur la coupe transverse du cordon simple passe de la maquette étagée dont la micrographie sert de support à la Figure 4-17.

1.3. Orientation des grains par rapport au gradient thermique

La Figure 4-18 compare les données des grains à l'interface MB/ZF de la coupe transverse du cordon simple passe de la maquette étagée dans le repère UNW (sans dépliage, Figure 4-18a) et dans le repère U'N'W (avec dépliage, Figure 4-18b). La différence entre ces deux jeux d'orientations cristallines est la prise en compte de l'angle θ .

La Figure 4-18a ne montre aucune texture particulière. Ceci est attribué au fait que le plan NW est un plan de symétrie de la soudure lorsque celui-ci passe par le centre de la ZF. La texture induite par le côté droit de la ZF est compensé par le côté gauche. Avec la prise en compte de l'angle θ , la texture induite par les deux côtés de la soudure sont réunifiées et centrées sur la direction N' (Figure 4-18b).

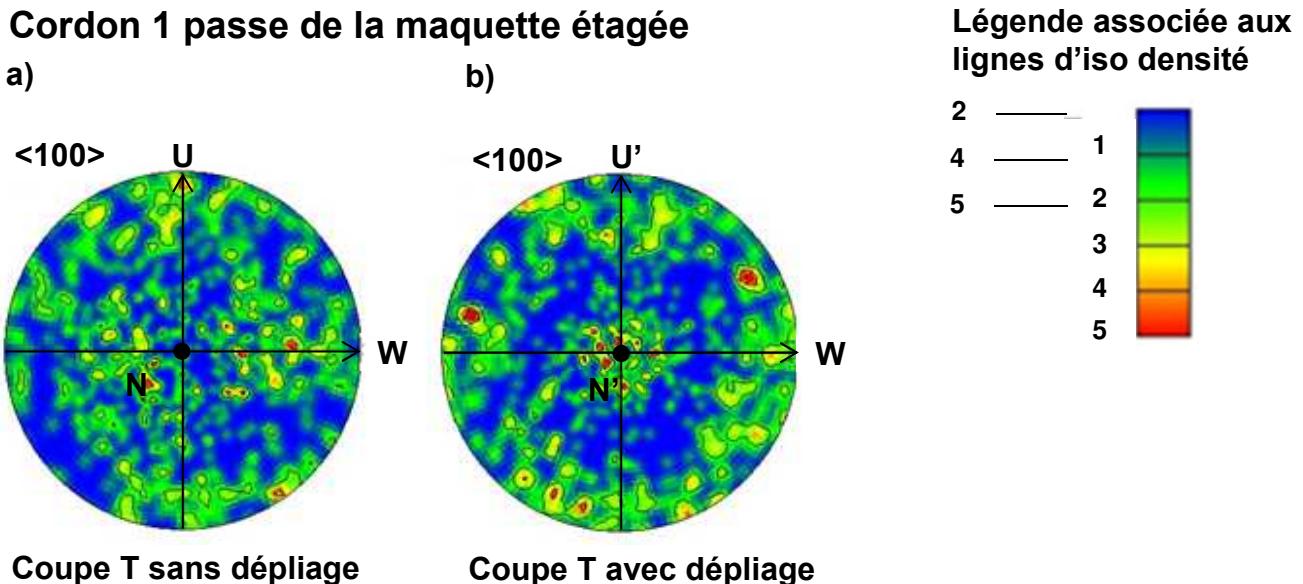


Figure 4-18 : Comparaison des figures de pôles issues des données des grains à l'interface MB/ZF du cordon simple passe de la maquette étagée en coupe transverse (a) sans et (b) avec dépliage du gradient thermique suivant la direction N' de la coupe transverse

Ces résultats confortent l'idée selon laquelle le gradient thermique à l'interface est normal par rapport à cette dernière. Ce résultat était attendu du fait de l'allure colonnaire des grains trouvant leur origine à l'interface (Figure 4-9). De plus, les dendrites croissent suivant la direction $<100>$ la plus proche du gradient thermique. La loi de Fourier impose qu'en chaque point, les lignes de flux de chaleur sont perpendiculaires aux isothermes. Pour être en mesure de le déclarer ici, il faut un petit nombre de Péclet thermique Pe_t défini par $Pe_t = \frac{L*V}{z}$, c'est-à-dire que le transfert thermique s'effectue majoritairement par conduction. Ici, la distance caractéristique L est la largeur de la zone pâteuse. Avec les résultats du chapitre précédent, cette distance est estimée à 18 microns. V étant la vitesse de soudage, le nombre de Péclet obtenu est de 2.10^3 , soit bien inférieur à 1. Il est donc établi que le gradient thermique à l'interface MB/ZF est colinéaire à N', c'est-à-dire normal à l'interface MB/ZF au fond du bain sur une coupe transverse.

2. Sélection des grains

2.1. Méthode de comptage des grains

L'évaluation de la sélection des grains passe par le calcul de la densité de grains dans la zone fondue. Pour ce faire, les cartes EBSD sont découpées en plusieurs cartes de mêmes dimensions. Le pas de découpe est choisi égal à 200 micromètres dans la direction N' (normale à l'interface). Le découpage des cartes EBSD est illustré par la Figure 4-19. Les distances utilisées pour cette méthode de découpage ne sont pas choisies au hasard. 200 micromètres est un bon compromis entre la taille des grains à l'interface MB/ZF et la taille des grains ayant un aspect équiaxe sur les coupes transverses (ligne A600vsFM52). La longueur des cartes découpées est de 5 mm, ce qui correspond à la moitié de la largeur du cordon sur les coupes transverses (ligne A600vsFM52).

Le logiciel HKL permet d'évaluer le nombre de grains dans chaque carte découpée. En divisant le nombre de grains par la surface de la carte, la densité de grains est obtenue en fonction de la distance par rapport à l'interface MB/ZF choisie comme origine. La position de cette interface est connue grâce à l'attaque électrolytique.

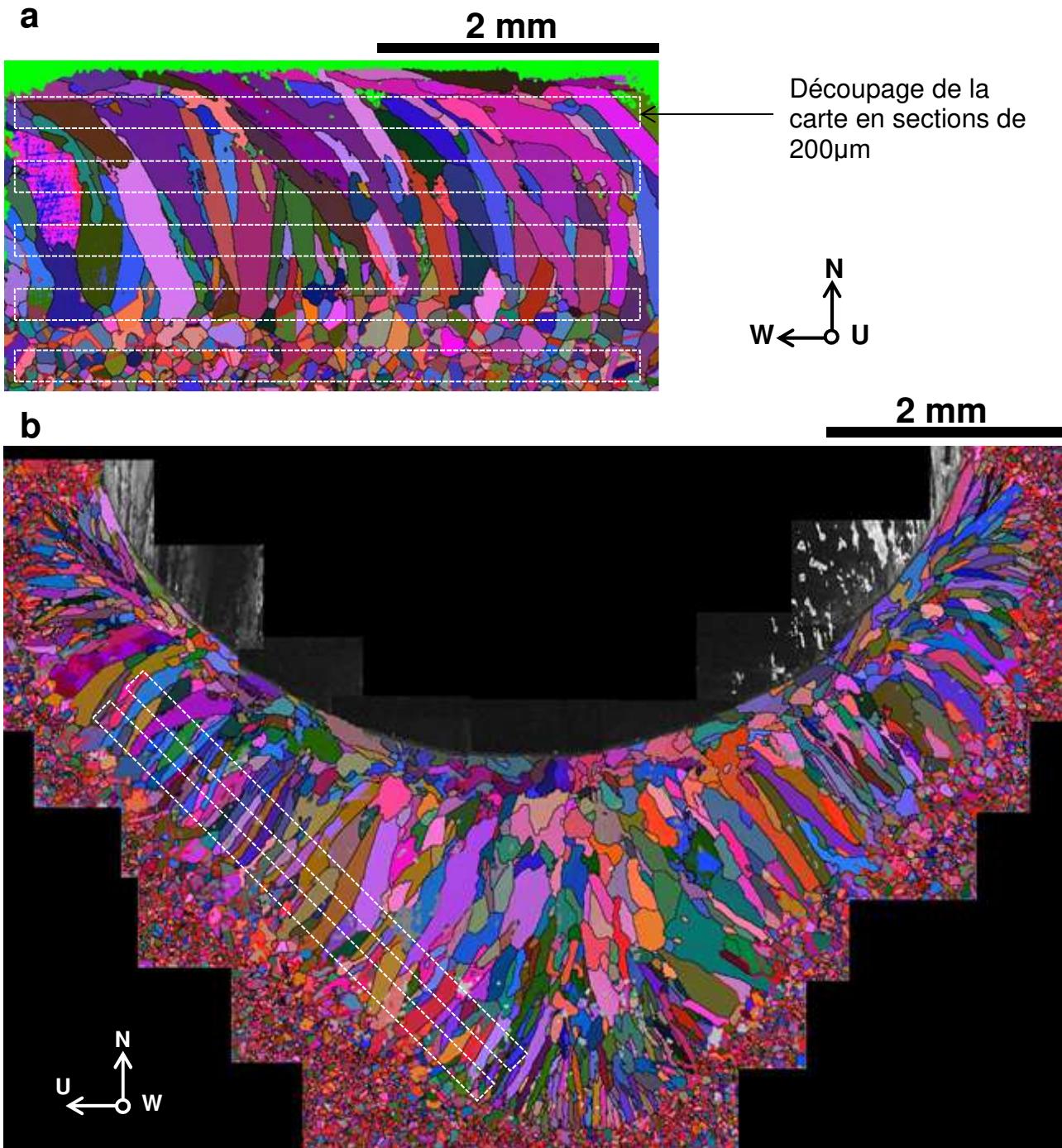


Figure 4-19 : Illustration de la méthode de découpage des cartes EBSD (a) coupe longitudinale sur la ligne A600vsFM52 et (b) coupe transverse du cordon simple passe de la maquette étagée

Le nombre de grains n'est pas directement celui donné par HKL. Une fois la carte découpée, les données de grains (angles d'Euler notamment) de chaque petite carte sont exportées dans un fichier txt. Dans le but d'éviter de compter plusieurs fois un même grain, les données de grain sont passées au détecteur de doublons : si plusieurs grains ont les mêmes angles d'Euler à plus ou moins 1 degré d'écart, ces grains sont considérés comme étant un seul et même grain. Ce filtre retire quelques doublons issus des erreurs de recollement lors de la reconstitution des grandes cartes EBSD. Néanmoins, la fraction de grains ainsi corrigée est dérisoire devant le nombre total des grains analysés. Il n'est donc pas vital de le mettre en place pour ces analyses.

La méthode de découpage est très simple à mettre en place lorsque l'interface MB/ZF est plane et parallèle à une direction du repère échantillon, comme c'est le cas sur la Figure 4-19 a où l'interface MB/ZF est colinéaire à W. Dans ce cas, le découpage s'effectue de façon automatique avec HKL. Dans les autres cas, c'est-à-dire où l'interface n'est pas parallèle à une direction du repère échantillon, le découpage doit s'effectuer manuellement dans HKL en respectant la forme de l'interface définie par l'attaque électrolytique (Figure 4-19b).

2.2. Résultats

Les résultats présentés ici sont issus des données de la ligne 316LvsFM52 (coupe longitudinale et transversale), de la ligne A600vsFM52 (coupe longitudinale et transversale) et de la coupe transversale du cordon simple passe de la maquette étagée. La coupe longitudinale sur ce cordon n'est pas présentée dans cette section car la direction N' n'est pas contenue dans le plan de coupe longitudinale.

Nous avons reporté, en Figure 4-20, l'évolution de la densité de grains pour les lignes de soudage 316LvsFM52 et A600vsFM52 pour les coupes longitudinales (L) et transversales (T). L'évolution de la densité de grains sur le cordon simple passe de la maquette étagée est également présentée sur une coupe T.

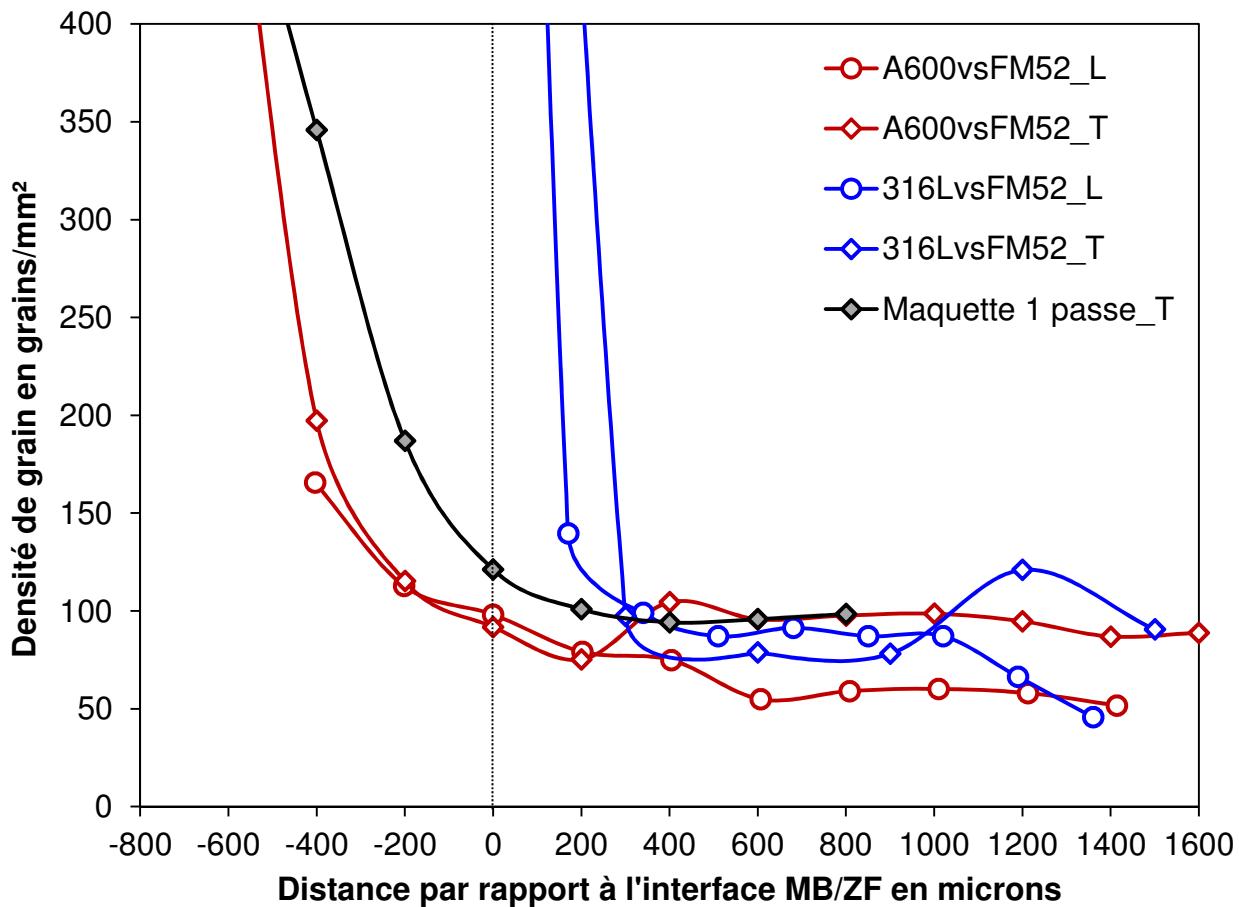


Figure 4-20 : Evolution de la densité de grains dans la zone fondu et dans le métal de base pour les lignes de soudage, coupe transversale (T) et coupe longitudinale (L)

Comme il a été vu précédemment, le grossissement des grains à l'état solide est présent uniquement pour les lignes mettant en jeu l'alliage A600 et le A690. On retrouve bien le gradient de

densité de grains (ou de taille des grains) dans les deux ZAT (Figure 4-20). La densité de grains à l'interface entre les alliages A600 et A690 sont similaires. Comme les paramètres de soudage sont identiques, la sélection de grains est vraisemblablement indépendante de la géométrie du chanfrein.

Deux cas sont à distinguer selon la densité de grains à l'interface MB/ZF. Sans le grossissement des grains, les grains partiellement refondus sont beaucoup plus nombreux à l'interface, d'où une densité de grains importante pour la ligne 316LvsFM52.

Pour les faibles densités de grains à l'interface MB/ZF, (comme c'est le cas pour les lignes de soudure sur l'alliage A600 et A690), il n'y a pas de transition abrupte entre la densité de grains du métal de base (de la ZAT) et de la zone fondu. Elle évolue lentement pour atteindre une valeur asymptote après environ 300 µm.

Dans les cas des fortes densités de grains, la transition de densité de grains entre le MB et ZF est abrupte. Ceci est imputé à la croissance anormale de certains grains à l'interface ZPF/ZF. Après 300 µm, la densité de grains de la zone fondu est similaire à celle rencontrée dans le cas des alliages A600 et A690.

En plus de la densité de grains, la deuxième grandeur à caractériser est la texture. La suite du chapitre décrit le raisonnement mené dans ce travail pour choisir le paramètre microstructural permettant de caractériser l'évolution de la texture dans la zone fondu. D'abord, la texture est évaluée avec les outils classiques que sont les figures de pôles et l'indice de texture, avant d'être évaluée avec une nouvelle caractéristique microstructurale : l'indice de texturation.

3. Texture

La Figure 4-21 donne les différentes cartes EBSD obtenues avec un contraste d'orientation basé sur la direction N. Pour plus de simplicité, seulement les deux lignes de soudage 316LvsFM52 et A600vsFM52 sont présentées dans cette section du manuscrit.

Les textures des zones fondues sont différentes. Avec une densité de grains élevée à l'interface MB/ZF (316LvsFM52), la texture semble plus marquée comme en témoigne la Figure 4-21a et la Figure 4-21b où le contraste d'orientation est rougeoyant pour le 316L. En revanche, dans le cas de la ligne A600vsFM52, les grains présentent toute la palette de couleurs du triangle unitaire des orientations, donnant l'impression d'avoir une croissance totalement aléatoire (Figure 4-21c et la Figure 4-21d).

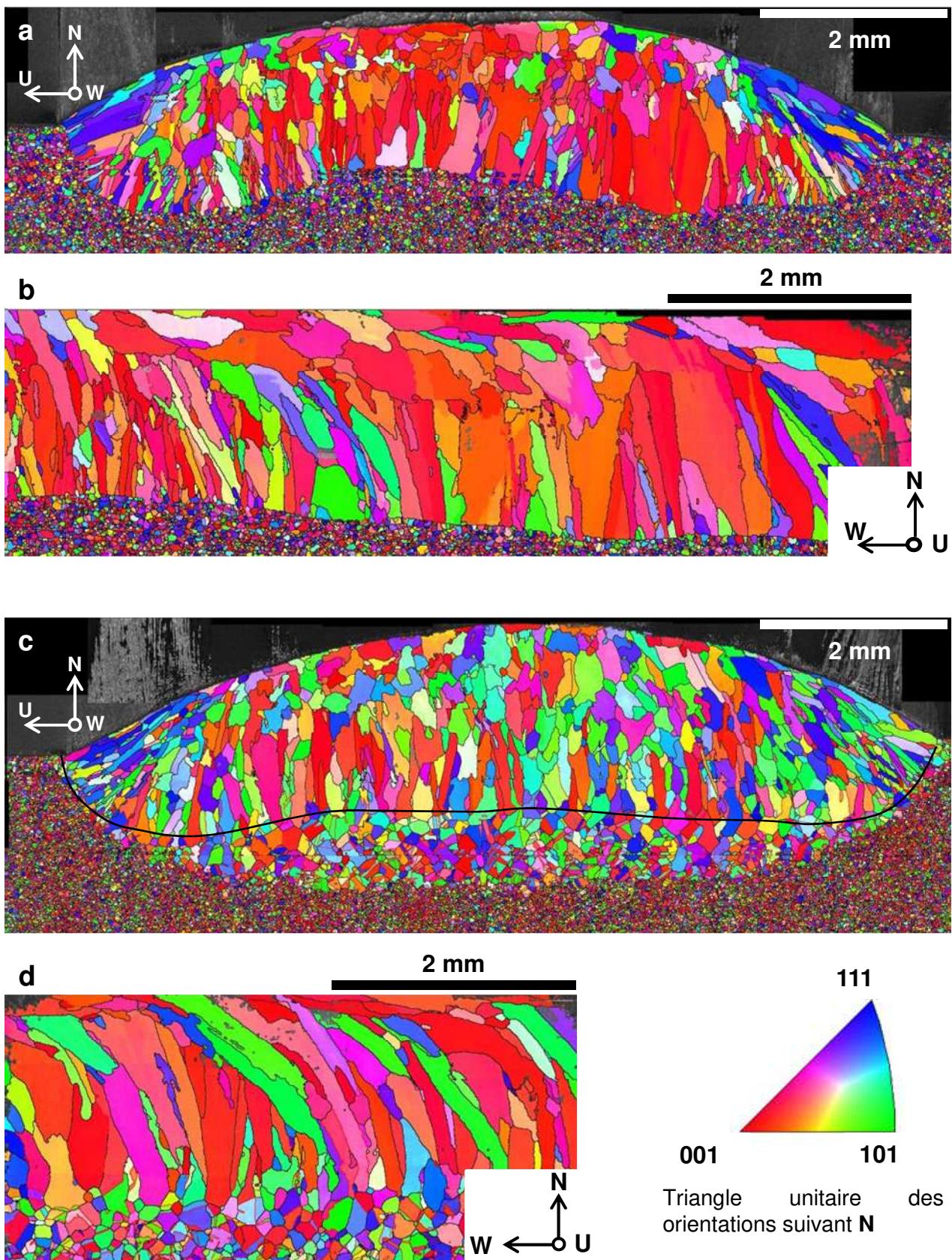


Figure 4-21 : Cartes EBSD en mode IPF suivant la direction N de la ligne de soudage 316L vs FM52 coupe transverse (a) et longitudinale (b), A600 vs FM52 coupe transverse (c) et longitudinale (la ligne noire représente l'interface MB/ZF) (d)

Le Tableau 4-5 donne les indices de texture calculés dans les ZF des lignes 316LvsFM52, A600vsFM52 et le cordon simple passe de la maquette étagée sur les coupes longitudinales.

Les valeurs présentées dans le Tableau 4-5 confirment que l'acuité de la texture est plus élevée dans le cas de la ligne 316LvsFM52 par rapport aux deux alliages de nickel.

Tableau 4-5 : Indices de texture des ZF des lignes 316LvsFM52 et A600vsFM52 calculés sur les coupes longitudinales

	Ligne 316LvsFM52	Ligne A600vsFM52	Maquette 1 passe, A690vsFM52
Indice de texture	2,04	1,67	1,58

La différence de densité de grains à l'interface pourrait être la cause de cette différence de texture. Le Tableau 4-6 compare les densités de grains des différents métaux de base.

Tableau 4-6 : Densité de grains dans le MB et dans la ZAT pour les trois expériences de soudage

Substrat	Métal de base	ZAT à l'interface MB/ZF
316L	2520 grains/mm ²	2520 grains/mm ²
A600	1818 grains/mm ²	98 grains/mm ²
A690	459 grains/mm ²	116 grains/mm ²

La première information à tirer du Tableau 4-6 est que les trois substrats ont des densités de grains différentes. Elle est tout de même équivalente entre 316L et A600. En revanche, A690 a une densité de grains nettement plus faible.

La présence de la ZAT modifie les densités de grains, comme on peut le voir pour les alliages A600 et A690. À l'interface MB/ZF, les densités de grains sont similaires pour ces deux alliages (Tableau 4-6).

La densité de grains à l'interface MB/ZF est respectivement 25 et 22 fois plus importante dans le 316L que dans les alliages A600 et A690 (Tableau 4-6). Les grains sont donc plus nombreux à l'interface MB/ZF dans le 316L, ce qui implique que le nombre de grains « bien orientés » par rapport au gradient est plus important, ce qui pourrait expliquer que l'indice de texture soit plus élevé dans le cas de la ligne 316LvsFM52, malgré la croissance anormale.

La suite du chapitre s'attache à clarifier la notion de grain « bien orienté ». Pour ce faire, un critère de sélection des orientations est établi. Ce critère doit dire si une orientation cristalline est susceptible de survivre dans la zone fondue. Ce critère est ensuite utilisé pour vérifier les différentes hypothèses sur l'influence de la densité de grains à l'interface sur le développement de la texture dans la zone fondue.

IV. Critère de sélection des orientations

1. Définition du critère

La sélection des grains s'effectue suivant la désorientation entre le gradient thermique et la direction <100> des grains partiellement refondus à l'interface MB/ZF. Certaines orientations sont donc favorisées. Le critère recherché doit permettre de dire si une orientation va survivre ou non dans la zone fondues suivant sa désorientation avec le gradient. L'établissement de ce critère passe par l'étude des figures de pôles en projection stéréographique de **l'intégralité des zones fondues**.

La Figure 4-22 représente les différentes figures de pôles permettant d'établir le critère de sélection des orientations. Le cas de la ligne 316LvsFM52 sur la coupe longitudinale est considéré dans un premier temps.

Cette figure compare la projection stéréographique de l'ensemble des grains du métal de base avec les grains de la zone fondues. Le métal de base est parfaitement isotrope comme on peut le constater sur la figure de pôles présentée en Figure 4-22MBa. En revanche, la zone fondues présente une texture selon la direction <100> (Figure 4-22ZFa). Cette figure est ensuite tracée en utilisant le contraste d'iso-densité permettant une meilleure vision de la texture (Figure 4-22ZFc).

La tache centrale (Figure 4-22ZFc) définit un angle solide contenant l'orientation des directions cristallines croissant dans la ZF : c'est une fibre contenant les orientations cristallines croissant dans la zone fondues. L'angle solide défini par cet axe de zone est de 50° , c'est-à-dire que les grains traversent la zone fondues si ces derniers ont une direction <100> dont la désorientation par rapport à la direction **N'** (gradient thermique à l'interface) est de +/- 25° . Ceci permet de définir le critère de sélection : les grains à l'interface MB/ZF survivent dans la zone fondues si une de leurs directions cristallines <100> obéit au critère préalablement défini. L'angle mesuré ici (25°) est environ deux fois supérieur à celui évalué par Gandin et al [4-22] dans le cas de la solidification dirigée (12°).

Les orientations satisfaisant le critère sont représentées sur la projection stéréographique c de la Figure 4-22. Le code couleur correspondant à ce critère est le suivant : la couleur évolue du rose fuchsia pour les faibles désorientations jusqu'au rose clair pour les fortes désorientations entre la direction <100> et la direction **N'**. Les orientations susceptibles d'être sélectionnées dans le MB sont bien celles retrouvées dans la zone fondues (Figure 4-22MBC et Figure 4-22ZFc).

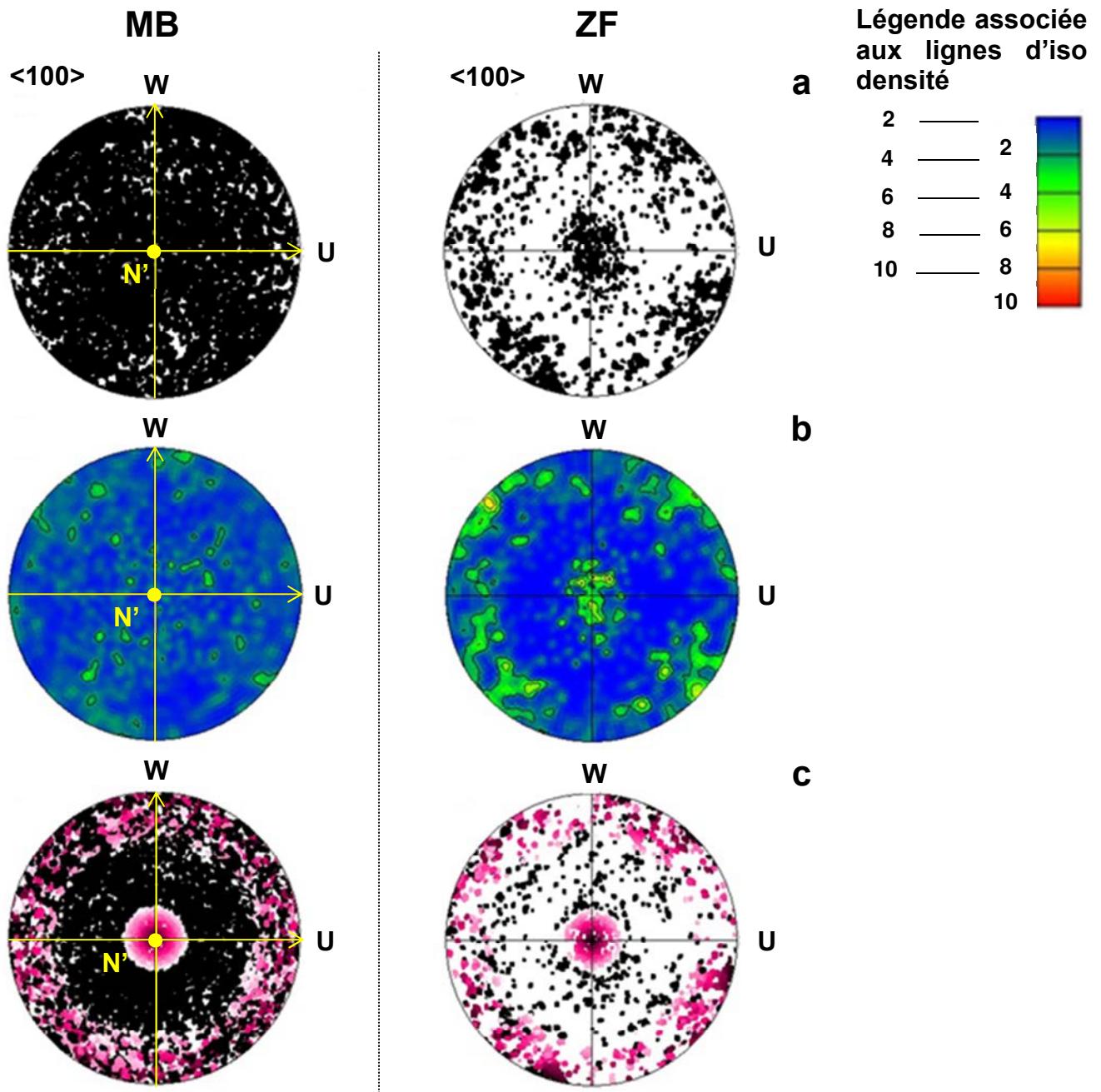


Figure 4-22 : Figures de pôles issues de la projection stéréographique des directions <100> pour le MB et la ZF dans le cas de la ligne 316L vs FM52 en coupe longitudinale : données des pixels projetés (a), données de grains avec contraste de densité (b) et données des pixels projetés avec le critère de sélection (c)

La Figure 4-23 reprend le principe de la Figure 4-22 dans le cas de la ligne de soudage A600vsFM52 en incluant les figures de pôles issues des données de la ZAT. La première constatation est que le métal de base A600 présente les mêmes caractéristiques que le 316 L, c'est-à-dire que le métal de base est isotrope (Figure 4-23MBa et Figure 4-23MBb). On retrouve également le grossissement aléatoire des grains du fait de l'absence de texture dans la ZAT.

La ZF de la ligne A600vsFM52 présente des caractéristiques très proches du cas précédent si l'on compare les deux séries de figures de pôles des zones fondues (Figure 4-22 et Figure 4-23). Sur les données projetées, la dispersion des orientations autour de l'axe de zone est beaucoup plus

importante dans le cas de la ligne A600vsFM52 mais rien ne permet d'affirmer, à ce stade, que la sélection est moins importante dans cette configuration de soudage.

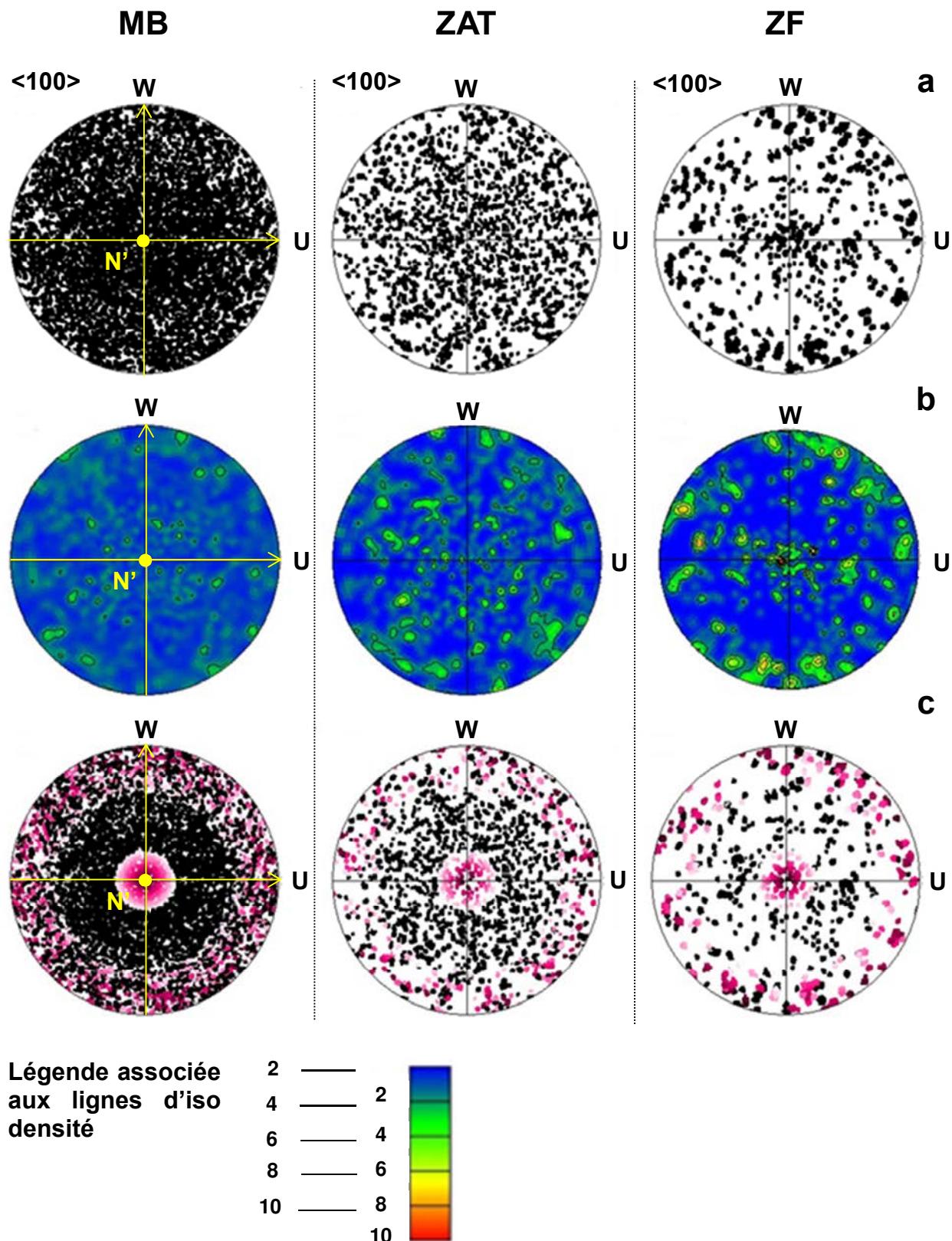


Figure 4-23 : Figures de pôles issues de la projection stéréographique des directions $<100>$ pour le MB, la ZAT et la ZF dans le cas de la ligne A600 vs FM52 en coupe longitudinale

2. Formation de la texture dans la zone fondue

2.1. Grandeur caractérisant la texture

Compte tenu du nombre de grains contenus dans chaque carte découpée, l'intensité de la texture ne peut être évaluée par l'indice de texture [4-20]. Il faut environ 30 000 grains pour pouvoir affirmer que l'indice de texture mesuré est exact, ce qui implique d'avoir au minimum 30 000 grains dans chaque carte découpée, ce qui n'est pas réalisable pour les échantillons utilisés dans ce travail.

La méthode sélectionnée pour évaluer l'évolution de la texture dans les ZF est de tracer l'évolution du pourcentage de grains dont une direction $<100>$ est colinéaire à l'axe de zone défini dans la section précédente, c'est-à-dire le pourcentage de grains dont une direction $<100>$ obéit au critère de sélection des orientations. Ce pourcentage sera nommé degré de texturation dans la suite. Ainsi, les cartes découpées créées pour suivre l'évolution de la densité de grains sont de nouveau utilisées.

Dans le cas de la coupe longitudinale sur le cordon simple passe de la maquette étagée, on constate que $N \neq N'$. Ceci est bien mis en évidence sur la Figure 4-24 montrant la figure de pôles de la zone fondue de ce cordon.

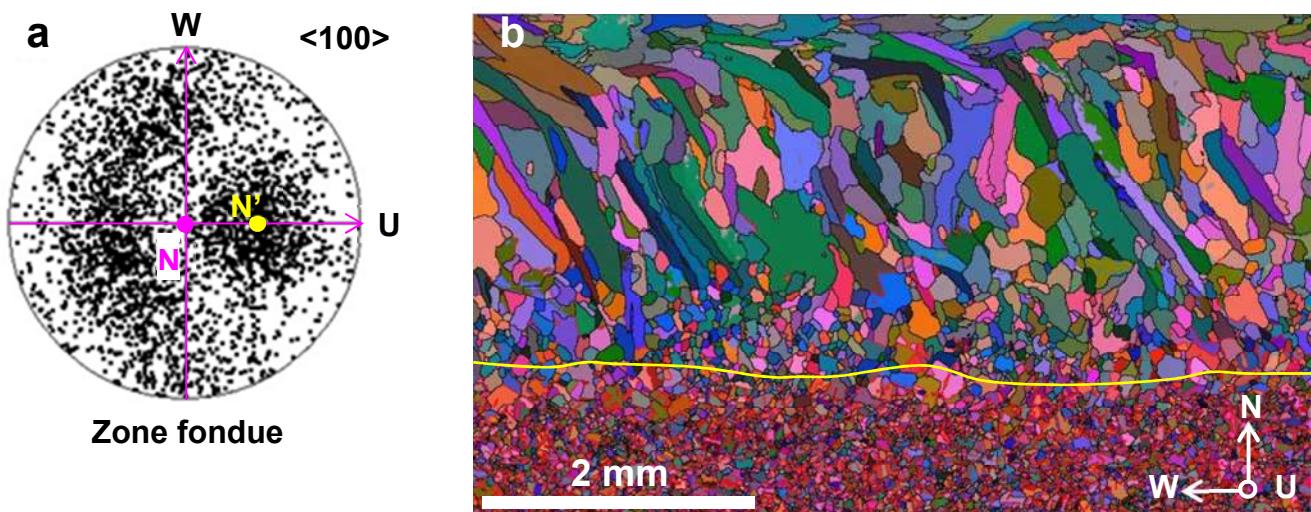


Figure 4-24 : Figure de pôles des données de grains de la ZF projetées dans le plan WU du cordon simple passe de la maquette étagée pour les directions $<100>$ (a) et Carte EBSD avec contraste d'orientation basé sur la moyenne des trois angles d'Euler du cordon simple passe de la maquette en coupe longitudinale (ligne jaune : interface MB/ZF) (b)

Pour utiliser la méthode préalablement citée, la direction N' doit être alignée avec N . Or, on a vu que les grains croissants à l'interface sont alignés avec la direction N' . On peut donc déplacer l'axe de zone mis en évidence sur la Figure 4-24 en jouant sur les angles d'Euler de la chambre virtuelle de channel 5. L'axe de zone est considéré parfaitement centré sur N lorsque le pourcentage total (calculé sur toute la zone fondue) des grains colinéaires à l'axe de zone est maximal.

La méthode décrite précédemment ignore la rotation du gradient pendant le soudage. Ce choix est directement dicté par la microstructure. On a vu sur chaque figure de pôles que la fibre $<100>$ est centrée sur N' . C'est donc le gradient colinéaire à cette direction (au fond du

bain) qui impose la sélection des grains. Suivre une direction différente de N' pour analyser la sélection des grains n'est donc pas pertinent.

2.2. Caractéristiques microstructurales du métal de base

Avant de regarder le comportement de la texture dans la zone fondu, il convient de regarder les caractéristiques de chaque métal de base. Le Tableau 4-7 compare le pourcentage de grains correspondant au critère de sélection, à la fois dans le métal de base et dans la ZAT. Ici, toute la ZAT est analysée pour avoir le plus grand nombre de grains possible.

Tableau 4-7 : Degrés de texturation dans les régions MB et ZAT des différents métaux de base et rappel des densités de grains à l'interface

	MB	ZAT	Densité de grains à l'interface
316L	27,6 %	x	2520 grains/mm ²
A600	26,9 %	26,9 %	98 grains/mm ²
A690	28,9 %	28,9 %	116 grains/mm ²

Dans les trois métaux de base, le pourcentage est sensiblement identique. De plus, la ZAT et le MB présentent les mêmes degrés de texturation du fait de la croissance aléatoire des grains. Comme le pourcentage de grains est identique, le rôle de la taille des grains sur l'établissement de la texture dans la ZF peut être caractérisé. Ici, le grossissement des grains n'est pas assez important pour modifier le degré de texturation sur la distance caractéristique qu'il a été choisi d'analyser (5 mm).

D'après le Tableau 4-7, les grains dans le critère de sélection sont environ 25 fois plus nombreux à l'interface 316LvsFM52 que dans les cas présentant un grossissement de grains à l'état solide. Même si le degré de texturation initial est le même, le fait que plus de grains bien orientés se trouvent à l'interface MB/ZF pourrait expliquer que la texture soit plus importante sur la ligne 316LvsFM52 que dans les autres cas. Pour vérifier cette hypothèse, il est nécessaire de suivre l'évolution du degré de texturation dans les différentes ZF.

2.3. Evolution de la texture en soudage

La Figure 4-25 compare l'évolution du degré de texturation dans la zone fondu en fonction de la distance à l'interface MB/ZF pour deux expériences de soudage : ligne 316LvsFM52 et A600vsFM52 pour deux valeurs d'angle de désorientation : 15° et 25°. On se concentrera d'abord sur la valeur de 25° puisque c'est celle évaluée sur la figure de pôles.

L'évolution générale du degré de texturation est similaire entre les deux lignes de soudage. Jusqu'à 600 µm, les points sont superposés. Dans le cas de la ligne A600vsFM52, le pourcentage de grains marque un palier et une légère baisse jusqu'à 1400 µm avant de repartir à la hausse. Dans le cas de la ligne 316LvsFM52, le palier commence à 850 µm, le pourcentage diminue jusqu'à 1530µm avant de repartir à la hausse.

Le palier observé sur les deux courbes pourrait être attribué à la rotation du gradient pendant le soudage. Du fait du déplacement de la source de chaleur, le gradient thermique n'est pas toujours colinéaire à la direction N'. Il est donc logique que le pourcentage de grains colinéaires à la direction N' diminue quand le gradient thermique commence à tourner. Une fois la rotation

terminée, le gradient thermique devient colinéaire à la direction de soudage **W**. De ce fait, les grains continuant de croître sont ceux dont une direction $<100>$ est parallèle à **W**. Or, le repère **N'WU** est orthonormé et la maille du matériau est cubique, ce qui implique que les directions **N'** et **W** sont équivalentes du point de vue cristallographique. Ainsi, une fois la rotation terminée, les orientations des grains croissant dans la zone fondue sont de nouveau contenues dans le critère initial, d'où l'augmentation du pourcentage en fin de zone fondue. Il faut préciser ici que le fait d'avoir une fibre $<100>/\mathbf{N}'$ n'implique pas une fibre $<100>/\mathbf{W}$. C'est la croissance dendritique qui serait à l'origine d'une orientation cube $\{100\}<100>$. Le mécanisme est donc le suivant. D'abord les dendrites des grains croissent suivant **N'**, puis, après rotation du gradient thermique, ces mêmes grains croissent suivant la direction **W**. Ce sont les bras secondaires des bras primaires ayant crus suivant **N'** qui croissent suivant **W**.

Il semble donc que la densité des grains à l'interface n'a pas d'influence sur la texture de la zone fondue pour les cas testés. L'évolution du degré de texturation entre les lignes A600vsFM52 et 316LvsFM52 est identique jusqu'à 600 μm . Pourtant, s'il y a plus de grains bien orientés avant le soudage, on aurait pu s'attendre à observer une transition abrupte entre le degré de texturation du MB et celui évalué dans les premiers instants de la solidification, c'est-à-dire à quelques micromètres de l'interface ZF/MB. Une texturation plus importante pourrait se traduire par une sélection des orientations dans un angle plus restreint. C'est pourquoi le degré de texturation est également tracé en utilisant un angle de 15° sur la Figure 4-25. Or, même avec un angle plus petit, l'évolution du degré de texturation est la même jusque 600 μm entre les deux lignes.

Le fait que l'indice de texture du Tableau 4-5 soit plus élevé dans le cas du 316L ne provient pas du fait que la densité de grains est plus élevée à l'interface. Cet indice est plus élevé sur la ligne 316LvsFM52 car le palier intervient 250 μm plus tard que dans le cas de la ligne A600vsFM52 (Figure 4-25).

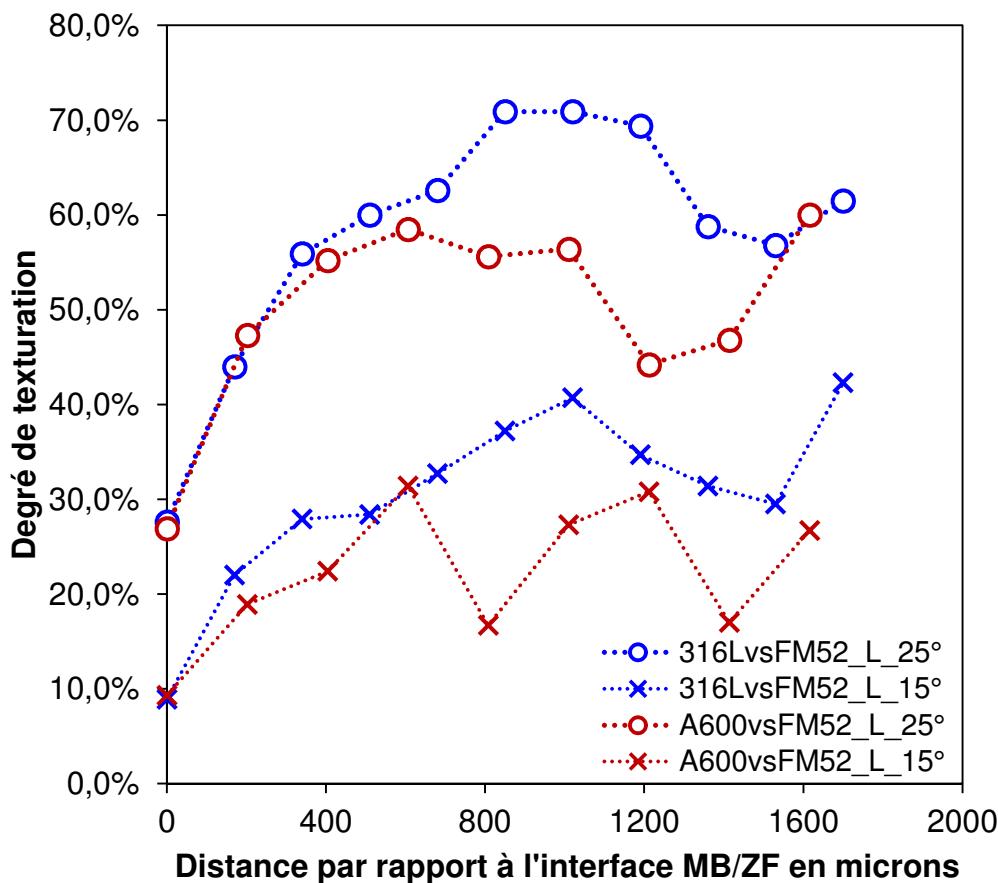


Figure 4-25 : Evolution du degré de texturation en fonction de la distance à l'interface MB/ZF sur les coupes longitudinales des lignes de soudage 316LvsFM52 et A600vsFM52

Il est intéressant d'interpréter l'évolution du degré de texturation (Figure 4-25, angle de 25°) au regard de l'évolution de la densité des grains dans la zone fondue (Figure 4-20). Il a été vu précédemment que la densité de grains dans les deux expériences de soudage est identique à partir d'une distance de 300 µm de l'interface MB/ZF. Or l'évolution du degré de texturation est similaire dans les deux expériences de soudage jusqu'à 600 µm, ce qui indique que les grains orientés défavorablement sont éliminés avec la même vitesse après 300 µm de solidification. Ces résultats semblent confirmer que la croissance épitaxiale anormale inhibe la sélection de grains en favorisant la croissance de grains « mal orientés », c'est-à-dire en dehors du critère.

V. Caractérisation de la maquette étagée : effets multi-passes

Ce paragraphe est consacré à l'étude de l'effet multi-passes sur l'établissement de structures soudées, c'est-à-dire l'effet de la $n^{\text{ième}}$ passe sur la $n-1^{\text{ième}}$ passe sur le grossissement des grains à l'état solide et sur la sélection des grains. Dans la section précédente, on a vu que le soudage engendrait une ZAT. Chaque passe de soudage engendre un cycle thermique de soudage, donc une ZAT potentielle dans chaque $n^{\text{ième}}$ passe. De plus, on a vu que la rotation du gradient thermique durant le soudage modifie l'établissement de la texture puisqu'un palier du degré de texturation a été mis en évidence pour les lignes de soudage. Il est donc intéressant de voir comment l'établissement de la texture des soudures est affecté par l'enchaînement des passes.

1. Analyses de la maquette étagée

La Figure 4-26 présente les macrographies des cordons 2,3 et 5 passes de la maquette étagée sur les coupes transverses et longitudinales. La coupe transverse permet de mettre en évidence la succession des différentes passes (Figure 4-26a, b et c). Comme on peut le constater, les passes sont simplement superposées les unes sur les autres. Quant aux coupes longitudinales (Figure 4-26d, e et f), elles mettent en avant le fait que les interfaces entre les passes ne sont pas rectilignes. L'évaluation de la position de ces interfaces ne se fait que par une position moyenne.

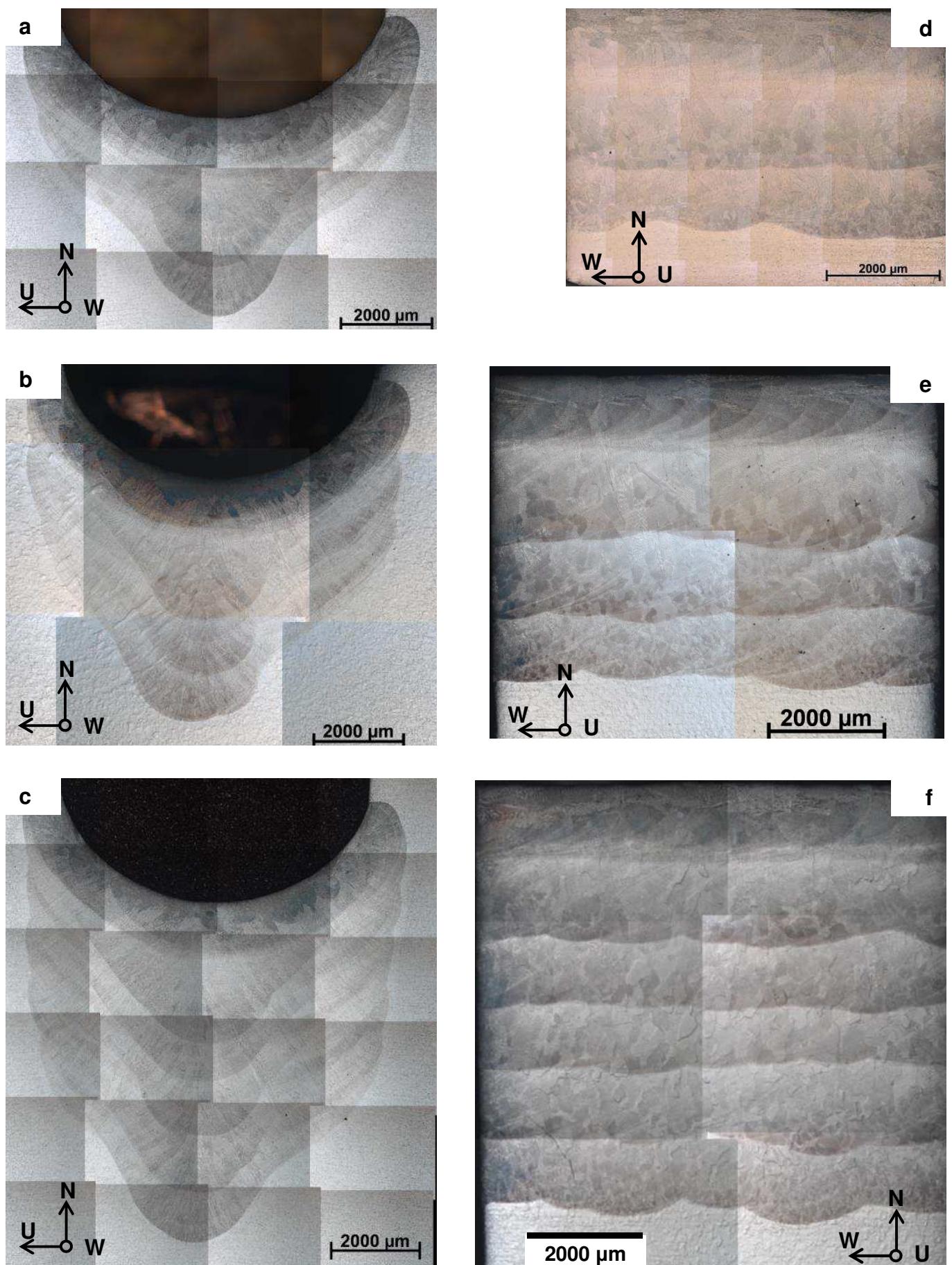
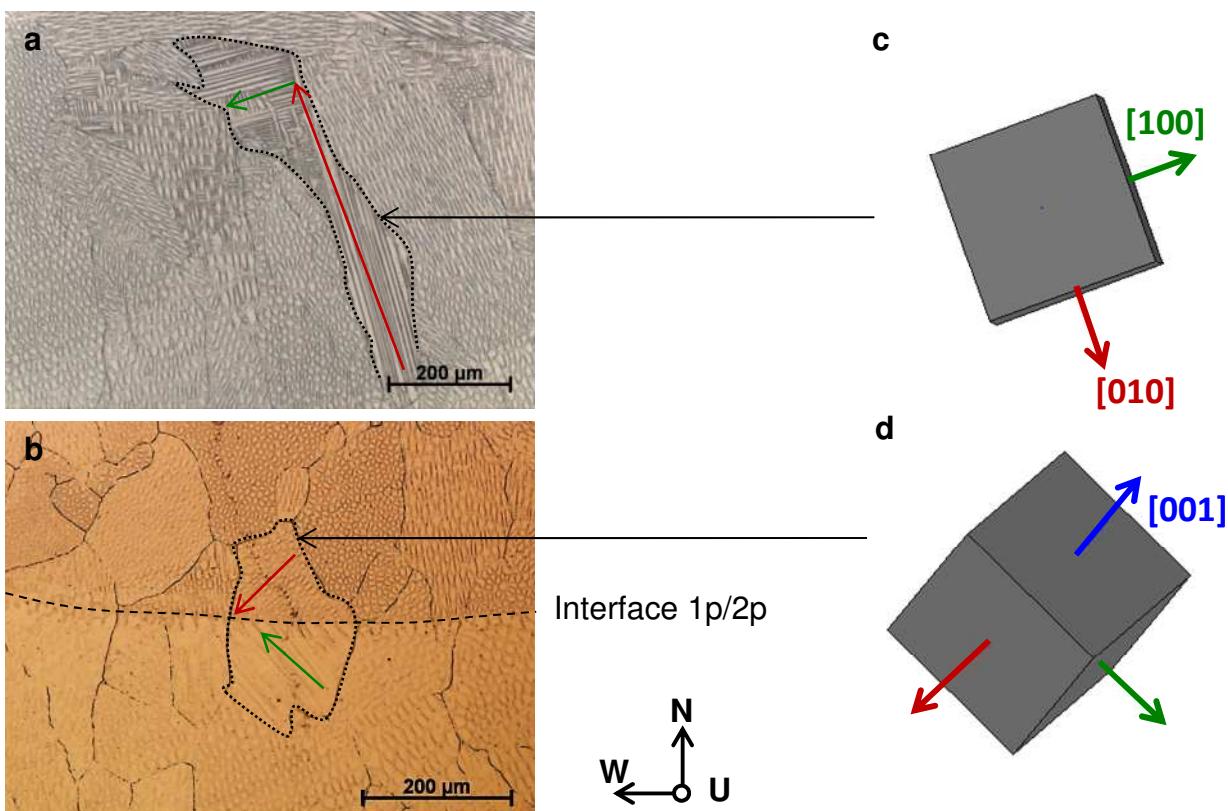


Figure 4-26 : Macrographies de la maquette étagée pour les cordons 2,3 et 5 passes : coupes transverses (a), (b), (c) et coupes longitudinales (e), (f) et (g)

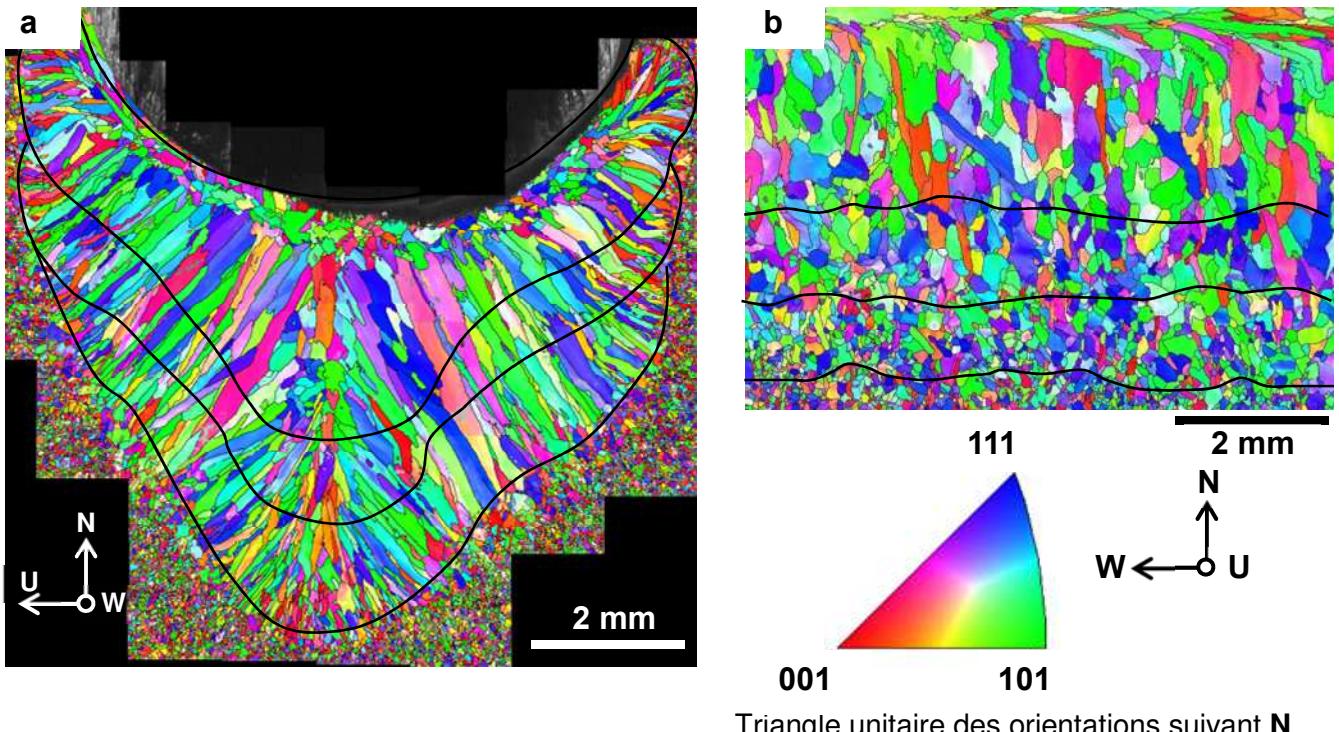
L'analyse à l'échelle microscopique met en avant des microstructures complexes comme l'illustre la Figure 4-27. Pendant le soudage, le changement de direction de croissance $<100>$ est rapide. Une fois que la désorientation entre le gradient thermique et la direction $<100>$ est suffisamment forte, une des directions $<100>$ perpendiculaire à cette dernière devient la direction cristalline de croissance. Ceci signifie que les bras secondaires des premières dendrites deviennent les bras primaires dès lors que le gradient thermique le permet. Cette situation est illustrée par les grains sélectionnés sur la Figure 4-27a et la Figure 4-27b. En s'approchant de la surface du bain, le gradient thermique tourne pour s'aligner avec la direction **W**. Une fois que le gradient est colinéaire à **W**, la direction cristalline $<100>$ la plus proche de **W** devient la direction de croissance comme le montre la Figure 4-27a et la Figure 4-27c. Le grain croît d'abord suivant $[010]$ puis la direction $[100]$ prend le relais.

Un phénomène similaire se produit à l'interface entre les passes. La distance moyenne entre l'interface 1^{ère} / 2^{ème} passe et l'interface MB/ZAT est de 1150 µm. A cette distance, le gradient thermique a une certaine orientation dans la 1^{ère} passe. Avec la refusion, l'orientation du gradient thermique dans la deuxième passe est différente puisque le gradient thermique est suivant la direction **N'**, c'est-à-dire normal à l'interface 1^{ère} / 2^{ème} passe. Ceci peut induire une modification de la direction cristalline de croissance $<100>$ au niveau de l'interface (grain sélectionné sur la Figure 4-27b et Figure 4-27d). On observe également que les structures de solidification sont plus fines dans la 2^{ème} passe par rapport à ce qui est observé dans la 1^{ère} passe sous l'interface 1^{ère} / 2^{ème} passe, ce qui peut s'expliquer par le fait que le gradient thermique le plus fort se situe au fond du bain. Il est moins important après 1300 µm de solidification.



2. Morphologie des grains en soudage multi-passes

La Figure 4-28 montre les cartes EBSD obtenues pour le cordon trois passes de la maquette étagée en coupe transverse et longitudinale. Les cartes EBSD ne permettent pas de distinguer l'interface entre chaque passe, c'est pourquoi ces dernières sont ajoutées manuellement sur la Figure 4-28.



Triangle unitaire des orientations suivant N

Figure 4-28 : Cartographie EBSD en mode IPF suivant la direction N pour le cordon 3 passes : (a) coupe transverse et (b) coupe longitudinale proche du centre du cordon

La carte en mode transverse laisse suggérer que les grains ayant crû lors de la première passe traversent la totalité du cordon de soudure. Il semblerait donc que la sélection des grains est terminée après une passe et qu'aucun grossissement de grain ne se produit dans les structures soudées. La suite du chapitre reprend les analyses présentées dans le cas des expériences de soudage simple passe et les appliquent aux résultats issus des caractérisations de la maquette étagée.

3. Caractérisations EBSD

3.1. Densité de grains

La Figure 4-29 donne l'évolution de la densité de grains dans le cas des coupes longitudinales pour les cinq cordons de la maquette étagée.

L'évolution de la densité de grains est la même dans tous les cordons. Il n'y a donc pas de grossissement de grain à l'état solide dans les soudures. Pourtant, chaque $n-1^{\text{ème}}$ passe subit le cycle thermique généré par la $n^{\text{ème}}$ passe. Ce cycle thermique est le même que celui se produisant dans le métal de base lors de la première passe.

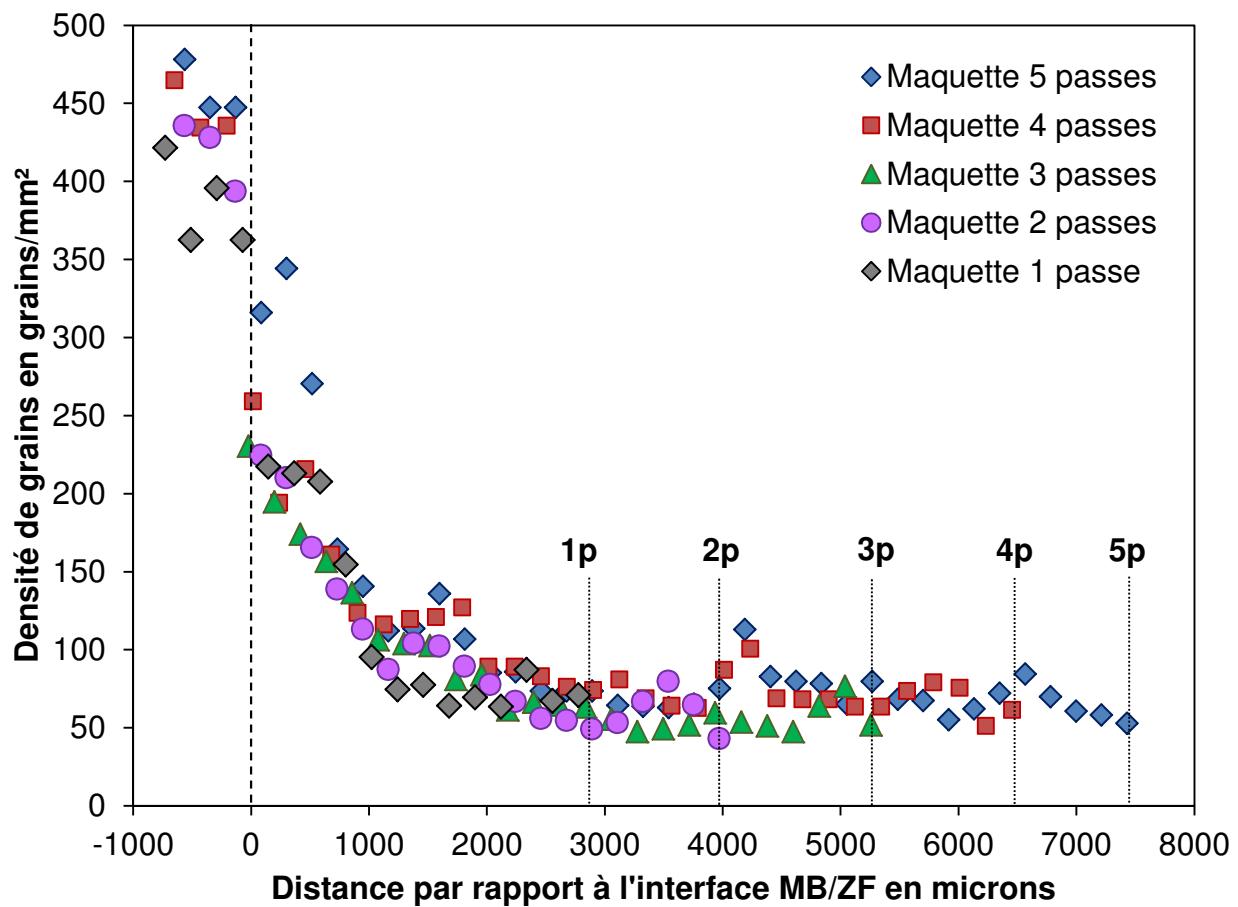


Figure 4-29 : Evolution de la densité de grains dans la zone fondu et dans le métal de base pour la maquette étagée dans le cas des coupes longitudinales pour les cordons 1, 2, 3, 4 et 5 passes

Ce résultat est conforme aux lois présentées dans la première partie de ce chapitre. D'une part, la zone fondu présente une texture, qui n'est pas présente dans le MB. De ce fait, les désorientations entre grains voisins sont plus faibles que dans le MB, d'où une diminution de la mobilité des joints de grain. D'autre part, la taille des grains de la zone fondu est beaucoup plus importante que dans le métal de base. Le rayon de courbure de ces grains est donc plus grand que ceux des grains du MB. Il en résulte que la force motrice P est plus faible dans la ZF que dans le MB. Etant donné que la vitesse de migration du joint de grain est le produit de la mobilité et de la force motrice, cette vitesse est donc beaucoup plus faible dans la ZF que dans le MB, d'où l'absence de grossissement des grains à l'état solide.

3.2. Texture

La Figure 4-30 montre l'évolution de la figure de pôles issue de la projection stéréographique des directions $<100>$ sur les coupes longitudinales réalisées sur les 5 cordons de soudure de la maquette étagée.

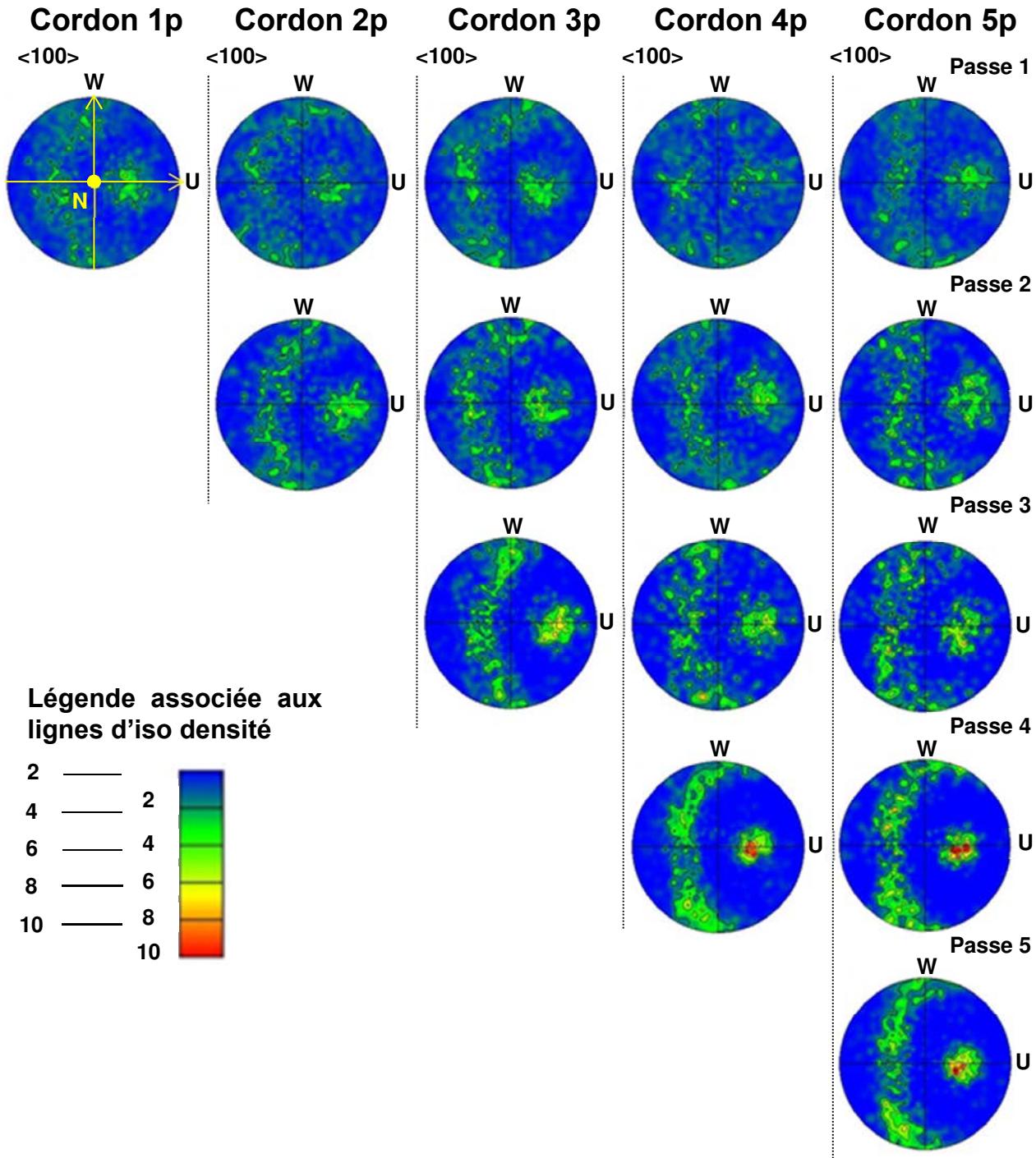


Figure 4-30 : Figures de pôles issues de la projection stéréographique des directions $<100>$ des zones fondues dans le cas de la maquette étagée en coupe longitudinale pour les cordons 1, 2, 3, 4 et 5 passes

Pour les cinq cordons simple passe analysés, la densité de pôle est faible mais la fibre $<100>$ est déjà discernable. En augmentant le nombre de passes, la fibre est de plus en plus prononcée, signe que la texture s'intensifie au fur et à mesure que la soudure est construite. Sur le cordon

simple passe, la fibre est une large tache diffuse. Plus les passes s'enchaînent, la densité des orientations contenues dans cette région de la sphère des pôles augmente. La densité de pôles semble se stabiliser après quatre passes. La sélection de grains semble donc terminée après quatre passes (Figure 4-30).

Comme on peut le voir sur les différentes figures de pôles de la Figure 4-30, la position de la fibre varie peu d'une passe à l'autre. On peut donc suivre l'évolution du degré de texturation en fonction de la distance par rapport à l'interface MB/ZF. La fibre est replacée au centre de la figure de pôle en modifiant les angles d'Euler de la chambre virtuelle du MEB pour avoir $N=N'$. Pour un même cordon, les angles d'Euler appliqués sont les mêmes d'une passe à l'autre.

4. Sélection des grains en soudage multi-passes

4.1. Influence du critère de sélection

On a vu précédemment que la texture est établie à la quatrième passe après l'analyse des figures de pôles des 5 cordons de la maquette étagée. La sélection étant terminée, le degré de texturation doit donc être proche de 100% dans la quatrième et la cinquième passe du cordon 5 passes. Il est donc intéressant de voir l'importance de la valeur de l'angle de désorientation entre le gradient et la direction $<100>$. La Figure 4-31 donne l'évolution du degré de texturation pour le cordon 5 passes où 3 valeurs de désorientation sont testées : 30, 25 et 15 degrés. L'allure générale des courbes ne sera pas décrite dans ce paragraphe. Il s'agit de se focaliser sur l'effet de la valeur de la désorientation sur le degré de texturation. L'analyse de l'évolution du degré de texturation sera effectuée dans la section 4.2.

L'allure générale de l'évolution du degré de texturation est très peu dépendante de la valeur de l'angle de désorientation (Figure 4-31). Comme attendu, un palier est observé pour les passes 4 et 5, là où la sélection de grains est terminée. La valeur asymptotique atteinte par le degré de texturation est très dépendante de l'angle choisi. Il est évident que plus l'angle est élevé, plus il y a de grains dont l'orientation correspond au critère, d'où le fait que le degré final est de respectivement 95, 90 et 55% pour 30, 25 et 15 degrés. La sélection des grains étant effectuée, il est logique d'attendre que la majorité des grains respectent le critère. Il faut donc veiller à ne pas être trop indulgent ou trop sélectif lors du choix de l'angle de désorientation. Ceci est illustré par l'angle de 15° où seulement 55% des grains de la microstructure finale sont dans le critère. À l'opposé, le degré de texturation du MB est de 40% avec une désorientation de 30°. C'est presque un grain sur deux susceptible de survivre dans la ZF, ce qui est élevé. La valeur de 25° choisie précédemment est à la fois assez restrictive sur le degré de texturation initial (métal de base) et assez tolérante pour respecter une valeur de degré de texturation proche de 100% une fois la sélection effective dans la soudure.

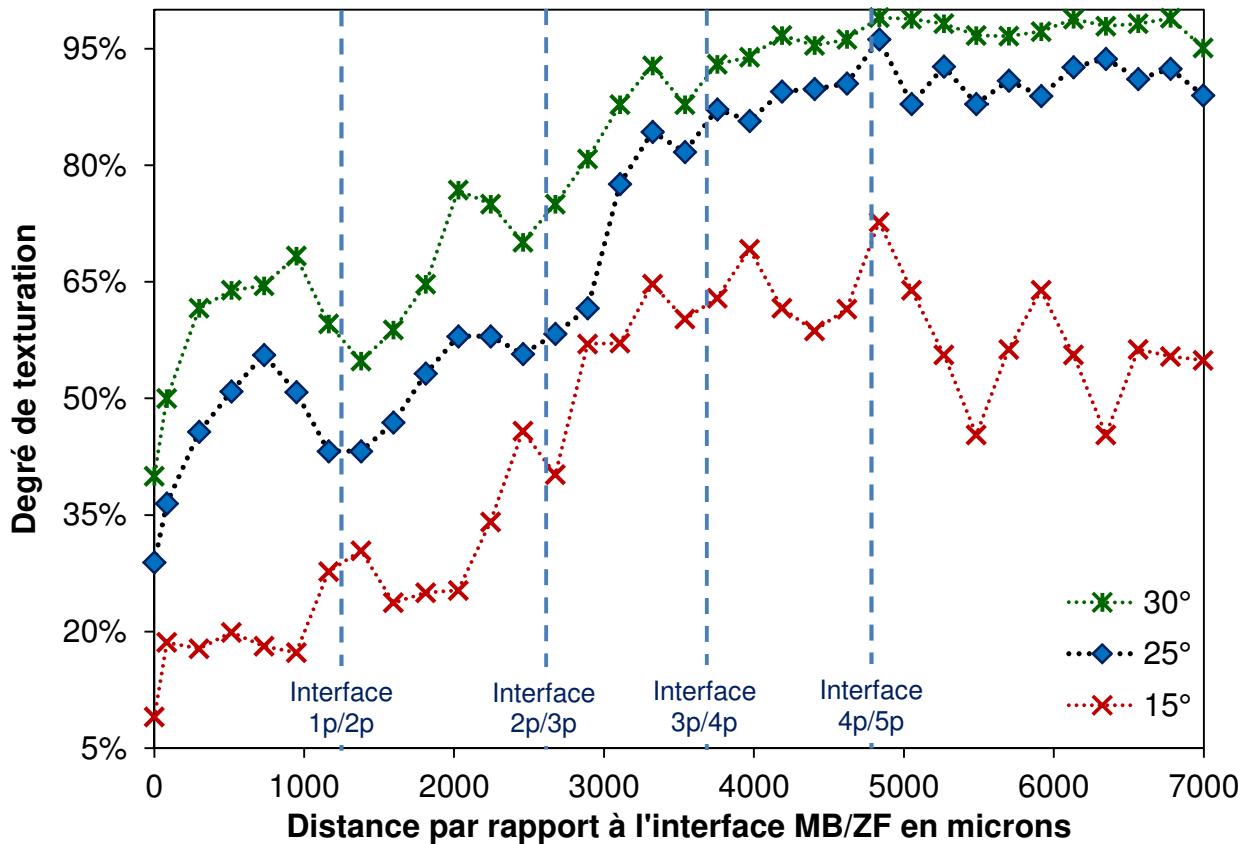


Figure 4-31 : Evolution du degré de texturation du cordon 5 passes de la maquette étagée pour 3 angles de désorientation entre le gradient et $<100>$. Les pointillés représentent les positions moyennes des interfaces entre les passes du cordon 5 passes

4.2. Développement de la texture

L'effet de la refusion sur le développement de la texture en soudage multi-passes est décrit dans la suite. La Figure 4-32 montre l'évolution du degré de texturation pour les cordons 1, 3 et 5 passes sur les coupes longitudinales. On remarque que les trois courbes ont la même évolution jusqu'à environ 800 μm , ce qui correspond à la position moyenne de l'interface entre la première et la seconde passe. Pour les distances inférieures à 800 μm , il s'agit toujours de la première passe, il était donc attendu que l'évolution du degré de texturation soit la même dans chaque cordon 1 passe. On retrouve bien le palier de texturation causé par la rotation du gradient thermique observé sur les lignes de soudage.

Maintenant que l'évolution du degré de texturation est connue dans les 800 premiers microns de ZF, qu'en est-il pour les autres passes ? Etant donné que les paramètres de soudage sont identiques d'une passe à l'autre, on doit s'attendre à obtenir une évolution de la texture dans la deuxième passe similaire à celle rencontrée dans la première passe. La différence entre les deux passes est le degré de texturation sur lequel cette seconde passe est déposée. On s'attend donc à ce que le degré de texturation dans la zone fondue de la deuxième passe augmente jusqu'à ce que la distance à l'interface 1passe/2passes soit égale à la distance à partir de laquelle se produit le palier de texturation sur la première passe. Ensuite, le degré de texturation repart à la hausse en suivant une courbe parallèle à celle observée pour le cordon 1 passe après le palier.

La Figure 4-32 permet de comparer l'évolution du degré de texturation de la deuxième passe des cordons 3 et 5 passes. On observe bien la répétition du palier de texturation dans la deuxième passe de chaque cordon. Une fois ce second palier terminé, le degré de texturation augmente de nouveau.

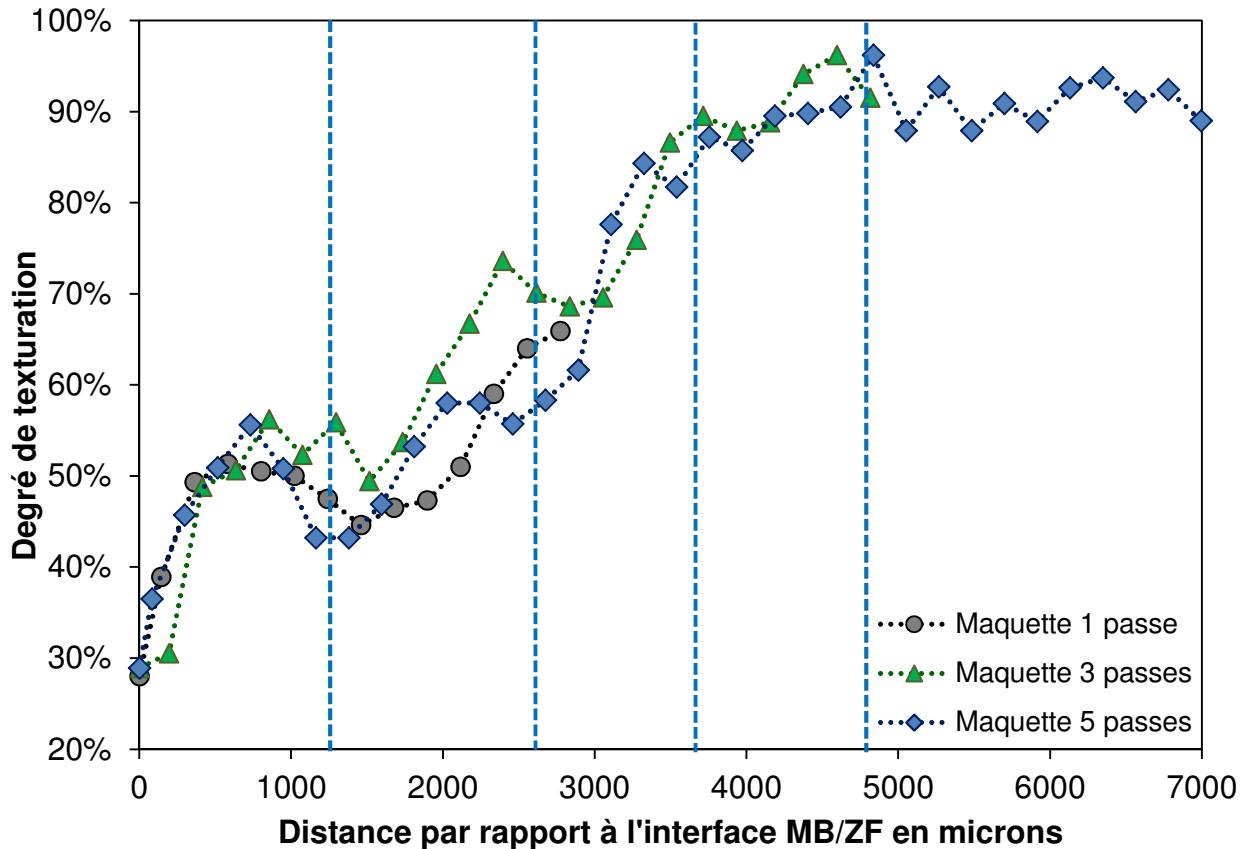


Figure 4-32 : Evolution du degré de texturation en fonction de la distance par rapport à l'interface ZAT/ZF des cordons 1, 3 passes et 5 passes sur les coupes L. Les pointillés représentent les positions moyennes des interfaces entre les passes du cordon 5 passes

La refusion générée par la troisième passe crée l'interface 2^{ème} / 3^{ème} passe juste après le palier de texturation observé sur la deuxième passe (Figure 4-32). Sur le cordon 5 passes, le 1^{er} palier intervient après 800 µm par rapport à une interface MB/ZF et le 2^{ème} palier se situe à 2000 µm, soit à 800 µm de l'interface 1^{er} / 2^{ème} passe. En considérant que le palier de texturation s'étend sur 500 µm pour toutes les passes, le palier généré par la 3^{ème} passe devrait se situer à environ 3400 µm de l'interface MB/ZF sur le cordon 5 passes. Or, à une telle distance de l'interface par rapport au MB, le degré de texturation est déjà de 90%, ce qui implique qu'il ne subsiste plus de grains en dehors du critère de sélection. Dans les conditions opératoires de la maquette étagée, la sélection de grains est terminée dans le cordon 3 passes, à une distance de 3400 µm.

La refusion modifie donc la distance à laquelle la texture est établie. L'enchaînement des passes a été mentionné dans le cadre des procédés de fabrication additive pour expliquer les textures obtenues dans les pièces fabriquées par refusion sélective au laser (RSL) [4-23], [4-24]. Avec une refusion plus importante, il aurait été possible de refondre le palier de texturation et ainsi obtenir une évolution de la texturation sans les paliers comme expliqué sur le schéma de la Figure 4-33.

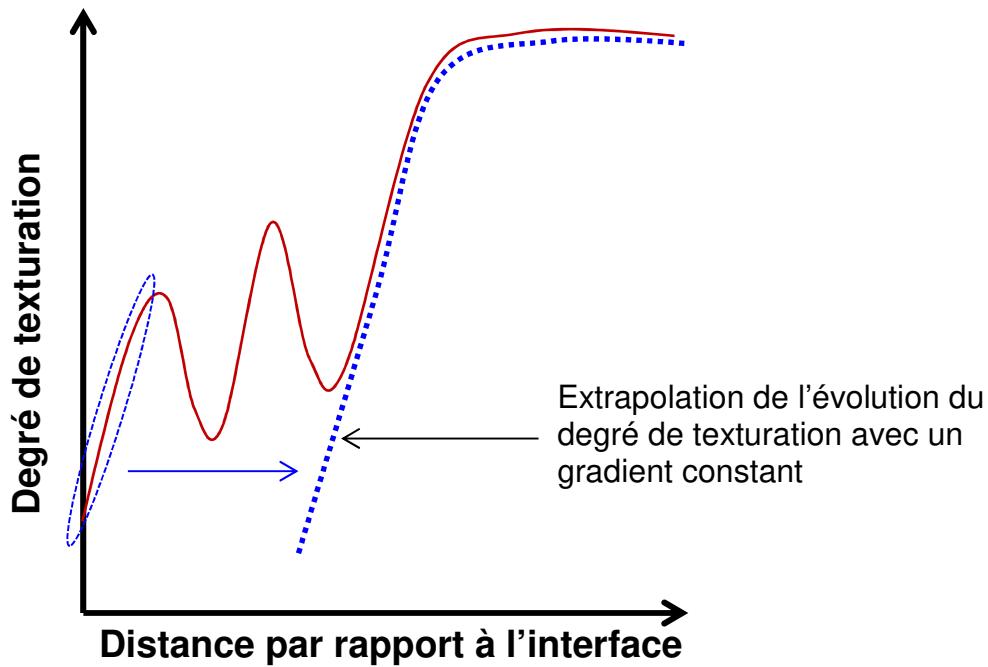


Figure 4-33 : Schéma de l'extrapolation de l'évolution du degré de texturation sans palier

De cette manière, on peut considérer que la solidification s'effectue suivant un gradient thermique toujours colinéaire à \mathbf{N}' puisque les grains ayant crû une fois que le gradient n'est plus colinéaire à \mathbf{N}' sont refondus. Si on considère une refusion plus importante en gardant les mêmes conditions de soudage, la distance nécessaire à l'établissement de la texture est de $1780\mu\text{m}$. En supposant que l'évolution du degré de texturation est affine avant d'atteindre la valeur asymptotique de 90%, la variation de degré de texturation DT est donnée par $DT = 0,037 * z + 28,9$ avec z la distance dans la zone fondue par rapport à l'interface MB/ZF de la 1^{ère} passe. Tous les 100 microns, le degré de texturation augmente de 3,7%.

Conclusions

Les caractérisations menées sur les expériences de soudage simple passe ont mis en lumière deux mécanismes de croissance épitaxiale : un mécanisme classique où tous les grains présents à l'interface MB/ZF croissent dans la zone fondu (cas des alliages A600 et A690) et un mécanisme de croissance épitaxiale anormale où certains grains bloquent instantanément la croissance de leurs voisins (cas du 316L). Vu les résultats présentés dans ce chapitre, ce phénomène est indépendant de l'orientation du grain concerné par rapport au gradient thermique à l'interface.

Ce phénomène engendre une diminution abrupte de la densité de grains à l'interface alors que la transition MB/ZF est continue dans le cas du mécanisme classique de croissance épitaxiale. L'analyse des figures des pôles des zones fondues a permis de définir un nouveau paramètre microstructural caractérisant la texture : l'indice de texturation. Cet indice permet de suivre l'évolution de la texture dans la zone fondu. Ainsi, il a été montré que l'établissement de la texture en soudage TIG n'est pas un phénomène linéaire, ce qui n'est pas visible sur les cartes EBSD. La rotation du gradient au cours du soudage modifie les orientations de croissance préférentielles générant un palier de texturation. Enfin, la taille des grains à l'interface MB/ZF n'a pas d'influence sur la distance à laquelle la texture est établie dans la zone fondu. Ceci est attribué à la croissance épitaxiale anormale se produisant avec le 316L.

Les caractérisations EBSD menées sur la maquette étagée ont permis de mettre en évidence deux points essentiels. D'abord, il a été vu que le procédé multi-passes n'engendre pas de grossissement de grains à l'état solide dans la structure soudée. Ensuite, il apparaît que le facteur le plus influent sur l'évolution de la texture est la refusion. Suivant la profondeur de la refusion, le palier de texturation peut être éliminé, et ainsi diminuer la distance à laquelle le degré de texturation atteint sa valeur asymptotique. Sur ce cas test, la texture finale est atteinte après trois passes, ce qui constitue un nombre de passes assez faible puisque les soudures industrielles peuvent contenir plus de 100 passes. Il faut toutefois garder à l'esprit que la maquette étagée est une configuration de soudage simple. La situation est plus complexe dans une soudure où les passes sont décalées les unes par rapport aux autres. Il serait intéressant de voir la réponse des CND par ondes ultrasonores sur ces microstructures.

Cette variation de texture dans la zone fondu pourrait expliquer certains phénomènes observés dans les régions proches du chanfrein comme la fragmentation ou la déviation du faisceau. Il convient donc de prendre en considération les phénomènes de solidification dans la modélisation des structures soudées jusqu'à ce que la texture finale soit établie.

Liste des figures du chapitre 4

Figure 4-1 : Macrographies des trois lignes de soudage sur une coupe transverse, 316LvsFM52 (a), A600vsFM52 (b), A600vsFM52 + Hydrogène (c)	111
Figure 4-2 : (a) Interface MB/ZF observée au microscope optique et (b) collier de ferrite à l'interface MB/ZF de la ligne 316LvsFM52 observée au MEB, mode BSE (l'interface collier de ferrite/ZF est symbolisée par le pointillé)	112
Figure 4-3 : Caractéristique de l'interface MB/ZF de la ligne 316L vs FM52 observée en EBSD en contraste de bande où la ferrite est indexée en bleu azur.....	113
Figure 4-4 : Croissance épitaxiale à l'interface ZPF/ZF, ligne 316LvsFM52, (a) EBSD en contraste de bande, (b) EBSD en mode IPF suivant la direction G , (c) orientation des grains cerclés de jaune, (d) attaque électrolytique	114
Figure 4-5 : Cartes EBSD illustrant la croissance anormale d'un grain défavorablement ((a) et (b)) et favorablement ((c) et (d)) alignés par rapport au gradient G : (a) et (c) contraste de bande, (b) et (d) mode IPF suivant la direction G	115
Figure 4-6 : Observation microscopique des grains à l'interface MB/ZF au MEB, mode SE, de la ligne de soudage A600vsFM52 + hydrogène. Les pointillés représentent les interfaces MB/ZAT et ZAT/ZF	116
Figure 4-7 : Observation au microscope optique de l'interface ZAT/ZF dans le cas de la ligne A600vsFM52 après attaque électrolytique	117
Figure 4-8 : Cordon simple passe de la maquette étagée en coupe transverse, (a) macrographie, (b) image MEB, mode SE de l'interface MB/ZF	118
Figure 4-9 : Morphologie des grains dans la zone fondu dans le cas de la ligne A600vsFM52 en coupe transversale (a), en coupe longitudinale (b) et en coupe transversale pour le cordon 1 passe de la maquette étagée (c) observée sur des cartes EBSD en contraste d'orientation correspondant à la moyenne des 3 angles d'Euler. La ligne jaune représente la position de l'interface ZAT/ZF (a).....	120
Figure 4-10 : Evolution de la mobilité des joints de grain en fonction la désorientation entre deux grains voisins [4-10].....	122
Figure 4-11 : Cycle thermique et appellation des échantillons [4-14].....	124
Figure 4-12 : Comparaison de l'évolution de la taille moyenne des grains entre les résultats donnés par [4-14] et le modèle de croissance normale des grains dans le cas de l'alliage A600	124
Figure 4-13 : Microstructure après croissance anormale des grains dans l'inconel 718 [4-15]	125
Figure 4-14 : Variations temporelles de la température en trois points de la ZAT données par SYSWELD.....	126
Figure 4-15 : Comparaison modèle/expérience de l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction de la distance à l'interface ZAT/ZF pour la ligne A600vsFM52	127
Figure 4-16 : Identification des directions de croissance cristalline.....	129
Figure 4-17 : Descriptif de la méthode de changement de repère pour déplier le gradient thermique le long de l'interface MB/ZF sur le cordon une passe de la maquette étagée en coupe transverse .	130
Figure 4-18 : Comparaison des figures de pôles issues des données des grains à l'interface MB/ZF du cordon simple passe de la maquette étagée en coupe transverse (a) sans et (b) avec dépliage du gradient thermique suivant la direction N° de la coupe transverse	131
Figure 4-19 : Illustration de la méthode de découpage des cartes EBSD (a) coupe longitudinale sur la ligne A600vsFM52 et (b) coupe transverse du cordon simple passe de la maquette étagée	133

Figure 4-20 : Evolution de la densité de grains dans la zone fondu et dans le métal de base pour les lignes de soudage, coupe transversale (T) et coupe longitudinale (L).....	134
Figure 4-21 : Cartes EBSD en mode IPF suivant la direction N de la ligne de soudage 316L vs FM52 coupe transverse (a) et longitudinale (b), A600 vs FM52 coupe transverse (c) et longitudinale (la ligne noire représente l'interface MB/ZF) (d)	136
Figure 4-22 : Figures de pôles issues de la projection stéréographique des directions <100> pour le MB et la ZF dans le cas de la ligne 316L vs FM52 en coupe longitudinale : données des pixels projetés (a), données de grains avec contraste de densité (b) et données des pixels projetés avec le critère de sélection (c)	139
Figure 4-23 : Figures de pôles issues de la projection stéréographique des directions <100> pour le MB, la ZAT et la ZF dans le cas de la ligne A600 vs FM52 en coupe longitudinale.....	140
Figure 4-24 : Figure de pôles des données de grains de la ZF projetées dans le plan WU du cordon simple passe de la maquette étagée pour les directions <100> (a) et Carte EBSD avec contraste d'orientation basé sur la moyenne des trois angles d'Euler du cordon simple passe de la maquette en coupe longitudinale (ligne jaune : interface MB/ZF) (b).....	141
Figure 4-25 : Evolution du degré de texturation en fonction de la distance à l'interface MB/ZF sur les coupes longitudinales des lignes de soudage 316LvsFM52 et A600vsFM52.....	144
Figure 4-26 : Macrographies de la maquette étagée pour les cordons 2,3 et 5 passes : coupes transverses (a), (b), (c) et coupes longitudinales (e), (f) et (g).....	146
Figure 4-27 : Micrographies obtenues sur le cordon 2 passes en coupe longitudinale : (a) 2 ^{ème} passe, (b) interface entre 1 ^{ère} et 2 ^{ème} passe, (c) et (d) orientations cristallines des grains sélectionnés dans le repère UNW données par EBSD	147
Figure 4-28 : Cartographie EBSD en mode IPF suivant la direction N pour le cordon 3 passes : (a) coupe transverse et (b) coupe longitudinale proche du centre du cordon	148
Figure 4-29 : Evolution de la densité de grains dans la zone fondu et dans le métal de base pour la maquette étagée dans le cas des coupes longitudinales pour les cordons 1, 2, 3, 4 et 5 passes.....	149
Figure 4-30 : Figures de pôles issues de la projection stéréographique des directions <100> des zones fondues dans le cas de la maquette étagée en coupe longitudinale pour les cordons 1, 2, 3, 4 et 5 passes	150
Figure 4-31 : Evolution du degré de texturation du cordon 5 passes de la maquette étagée pour 3 angles de désorientation entre le gradient et <100>. Les pointillés représentent les positions moyennes des interfaces entre les passes du cordon 5 passes.....	152
Figure 4-32 : Evolution du degré de texturation en fonction de la distance par rapport à l'interface ZAT/ZF des cordons 1, 3 passes et 5 passes sur les coupes L. Les pointillés représentent les positions moyennes des interfaces entre les passes du cordon 5 passes	153
Figure 4-33 : Schéma de l'extrapolation de l'évolution du degré de texturation sans palier	154

Liste des tableaux du chapitre 4

Tableau 4-1 : Composition moyenne de la zone fondu en pourcentage massique de la ligne 316LvsFM52 dosée par EDS pour les éléments majoritaires	112
Tableau 4-2 : Compositions moyennes en pourcentage massique des zones fondues des lignes de soudage mettant en jeu l'alliage A600 dosées par EDS pour les éléments majoritaires	117
Tableau 4-3 : Composition moyenne de la zone fondu en pourcentage massique du cordon simple passe de la maquette étagée A690vsFM52 dosée par EDS pour des éléments majoritaires	117
Tableau 4-4 : Caractéristiques thermiques des compositions moyennes des zones fondues pour les expériences de soudage simple passe dosées par EDS dans le cas des éléments majoritaires et mesures des λ_1	119
Tableau 4-5 : Indices de texture des ZF des lignes 316LvsFM52 et A600vsFM52 calculés sur les coupes longitudinales.....	137
Tableau 4-6 : Densité de grains dans le MB et dans la ZAT pour les trois expériences de soudage	137
Tableau 4-7 : Degrés de texturation dans les régions MB et ZAT des différents métaux de base et rappel des densités de grains à l'interface.....	142

Bibliographie du chapitre 4

- [4-1] J.J. Lowke, R. Morrow, J. Haidar, A.B. Murphy, Prediction of Gas Tungsten Arc Welding Properties in Mixtures of Argon and Hydrogen, IEEE Transactions on Plasma Science, Volume 25, Number 5, 1997, 925 – 930
- [4-2] C.M. Lin, T.L. Su, K. Y. Wu, Effects of parameter optimization on microstructure and properties of GTAW clad welding on AISI 304L stainless steel using Inconel 52M, International Journal of Advanced Manufacturing Technology 79, 2015, 2057 – 2066
- [4-3] Pierre Soulignac, Bernard Bonnefois, Etienne Soutif, Chaudronnerie en aciers inoxydables, Techniques de l'Ingénieur, Référence bm6570, publié le 10 juillet 2007
- [4-4] R. Unnikrishnan, K.S.N. Satish Idury, T.P. Ismail, A. Bhadauria, S.K. Shekhawat, R.K. Khatikar, S.G. Sapate, Effect of heat input on the microstructure, residual stresses and corrosion resistance of 304L stainless steel weldments, Materials Characterization 93, 2014, 10 – 23
- [4-5] http://www.aksteel.com/pdf/markets_products/stainless/austenitic/316_316l_data_sheet.pdf, vu le 06/12/2013
- [4-6] O.M. Akselsen, Ø. Grong, N. Ryum, N. Christensen, HAZ grain growth mechanisms in welding of low carbon microalloyed steels, Acta Metallurgica, Volume 34, Number 9, 1986, 1807 – 1815
- [4-7] M. Bobadilla, J. Lacaze, G. Lesoult, Influence des conditions de solidification sur le déroulement de la solidification des aciers inoxydables austénitiques, Journal of Crystal Growth 89, 1988, 531 - 544
- [4-8] M. Hillert, On the theory of normal and abnormal grain growth, Acta Metallurgica, Volume 13, 1965, 227 – 238
- [4-9] J.E. Burke, D. Turnbull, Recrystallization and grain growth, Progress in Metal Physics, Volume 3, 1952, 220 – 292
- [4-10] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, second edition, Elsevier, 2004
- [4-11] J. Lie, Y. Lu, H. Zhang, L. Dong, Effect of grain size and hardness on fretting wear behavior of Inconel 600 alloys, Tribology International 81, 2015, 215 – 222

- [4-12] T.F. Chen, G.P. Tiwari, Y. Iijima, K. Yamauchi, Volume and grain boundary diffusion of chromium in Ni-base Ni-Cr-Fe Alloys, Materials Transaction 44, Number 1, 2003, 40 – 46
- [4-13] P. Diano, A. Muggeo, J.C. Van Duysen, M. Guttmann, Relationship between microstructure and mechanical properties of alloy 690 tubes for steam generators, Journal of Nuclear Materials 168, 1989, 290 – 294
- [4-14] F.F. Noecker, J.N. DuPont, Metallurgical investigation into ductility dip cracking in Ni-based alloys: Part 1, Welding Journal, Volume 8 (1), January 2009, 7 – 20
- [4-15] B. Flageolet, O. Yousfi, Y. Dahan, P. Villechaise, J. Cormier, Characterization of microstructures containing abnormal grain growth zones in Alloy 718, 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, TMS, 2010
- [4-16] I. Andersen, Ø. Grong, Analytical modelling of grain growth in metals and alloys in the presence of growing and dissolving precipitates – I. Normal grain growth, Acta Metallurgica & Materialia, Volume 43, Number 7, 1995, 2673 – 2688
- [4-17] M. A. Jabbareh, H. Assadi, Modelling of grain structure and heat affected zone in laser surface melting process, Metallurgical and Materials Transactions B, Volume 44B, 2013, 1041 – 1048
- [4-18] B. Radhakrishnan, T. Zacharia, Monte carlo simulation of grain boundary pinning in the weld heat affected zone, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 26A, 1995, 2123 – 2130
- [4-19] J.J. Blecher, T.A. Palmer, T. Debroy, Solidification Map of a Nickel-Base Alloy, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 45A, April 2014, 2142 – 2151
- [4-20] N. Bozzolo, F. Gerpsach, G. Sawina, F. Wagner, Accuracy of orientation distribution function determination based on EBSD data-A case study of a recrystallized low alloyed Zr sheet, Journal of Microscopy, Volume 227, 2007, 275 – 283
- [4-21] H. Takatani, Ch.-A. Gandin, M. Rappaz, EBSD characterization and modelling of columnar dendritic grains growing in the presence of fluid flow, Acta Materialia 48, 2000, 675 – 688
- [4-22] Ch.-A. Gandin, M. Rappaz, D. West, B.L. Adams, Grain texture evolution during the columnar growth of dendritic alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume A26, 1995, 1543 – 1551
- [4-23] L. Thijs, K. Kempen, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck, Fine structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder, Acta Materialia 61, 2013, 1809 – 1819
- [4-24] L. Thijs, M. L. Montero Sistiaga, R. Wauthle, Q. Xie, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck, Strong morphological and crystallographic texture and resulting yield strength anisotropy in selective laser melted tantalum, Acta Materialia 61, 2013, 4657 – 4668

Chapitre 5 : Modélisation des structures soudées par le modèle CAFE_WELD

Le but de ce chapitre est de présenter les résultats issus des calculs CAFE_WELD. D'abord, la modélisation du soudage par SYSWELD est brièvement décrite. Le maillage et le calcul de thermique ont été directement fournis par AREVA NP-LYON. Ensuite, les paramètres nécessaires à la mise en données du modèle CAFE_WELD sont donnés ainsi que les méthodes nécessaires à l'analyse des résultats en termes de texture et de densité de grains. La dernière partie présente tous les calculs effectués dans ce travail. Dans un premier temps, les résultats de la modélisation de l'expérience de soudage sont comparés à ceux de l'expérience. Il s'agit de vérifier la validité des prédictions CAFE_WELD au regard des résultats expérimentaux en allant plus loin que la comparaison de la morphologie de croissance des grains [5-1]. Dans un second temps, plusieurs paramètres CAFE_WELD sont testés pour évaluer leurs influences sur les structures simulées.

I. Modélisation du soudage par SYSWELD

1. Modélisation éléments finis

La modélisation du soudage par SYSWELD utilise les grands principes définis dans la norme relative à ce domaine [5-2]. Dans ce travail, seul le calcul thermique en phase solide est nécessaire. Il consiste à résoudre un problème transitoire non linéaire avec source mobile de chaleur. Afin de bien appréhender les gradients thermiques dans les zones proches de la soudure, une attention particulière est portée sur la taille des éléments et le pas de temps.

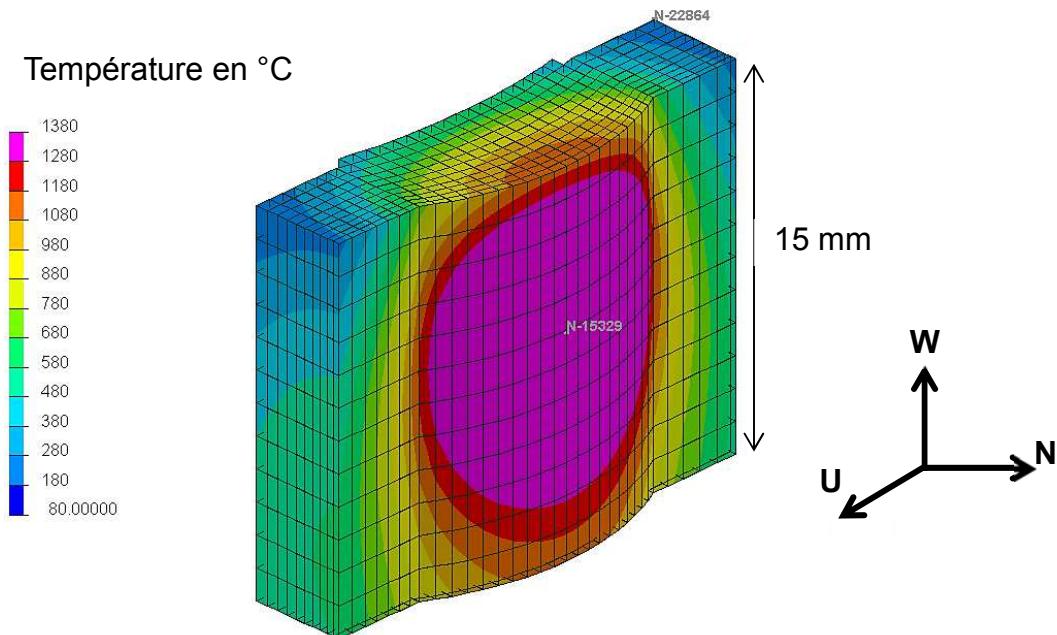


Figure 5-1 : Maillage élément fini utilisé pour modéliser la ligne de soudage A600vsFM52

La Figure 5-1 présente des éléments quadrangles dont la dimension dans le sens du soudage est de 1mm (direction **W**) et de 580 µm dans la direction **U**. Dans la direction **N**, le maillage est affiné en fonction de sa position dans la zone chaude. La taille des éléments varie de 250 à 500 µm dans cette direction.

Le pas de temps minimal est choisi en fonction de la taille de la zone fondue, de la taille de maille dans le sens de soudage et de la vitesse d'avance. Une règle simple est de dire que la zone

fondu doit contenir au minimum 4 éléments et que la source de chaleur avance d'un ou d'un demi élément par pas de temps. Pour rappel, la ligne de soudage sur substrat plat A600vsFM52 est la seule à faire l'objet d'expériences numériques. Par conséquent, les résultats de thermique utilisés pour chaque calcul CAFE_WELD sont identiques et correspondent tous à la ligne A600vsFM52.

2. Source de chaleur

Le soudage implique le couplage de trois domaines physiques : la thermique, la mécanique et la métallurgie. A cela, il faut ajouter les interactions arc-matière et les écoulements dans le bain fondu [5-3].

Dans ce travail, seul le problème thermique a été considéré pour modéliser les expériences de soudage. Les propriétés thermo-physiques des matériaux utilisés sont fournies dans les fichiers de mise en données de SYSWELD.

L'apport de chaleur est modélisé par une source de chaleur interne de type Goldak [5-4] dont l'énergie est répartie de façon gaussienne uniquement dans la direction du soudage. Cette source de chaleur est spécifique aux procédés de soudage impliquant un apport de matière [5-3]. Les paramètres définissant la source de chaleur sont recalés jusqu'à ce que la prédiction du champ de température coïncide avec les données expérimentales [5-2]. Des macroographies en coupe transversale ont été utilisées pour que le modèle reproduise la bonne forme du bain.

3. Vérification de la pertinence du modèle thermique

Le pas de temps choisi dans le maillage éléments finis va directement impacter le pas de temps de l'automate cellulaire. La procédure automatique du pas de temps dans CAFE est basée sur le principe suivant : pas plus d'une fraction de cellule dtfac ($0 < dtfac < 1$) capturée par micro-pas de temps. Dans les faits, le micro-pas de temps est ajusté par le programme en vérifiant l'équation $\delta t * v_{\max} = dtfac * L$ avec v_{\max} la vitesse de croissance maximale et L la taille des cellules [5-5]. Plus de détails sont donnés en ANNEXE C. La température dans le maillage CA est interpolée aux centres des cellules entre chaque micro-pas de temps. Ceci peut fausser les calculs CAFE_WELD si la variation de température décrite par le maillage FE (SYSWELD) dans le domaine pâteux n'est pas monotone. Pour contrôler la solution du problème thermique donné par SYSWELD, il convient de vérifier la monotonie du champ de température entre les températures de liquidus et de solidus, c'est-à-dire entre 1390 et 1380°C.

La Figure 5-2 donne l'évolution de la température d'un même nœud (situé dans la zone fondu) en fonction du temps pour un pas de temps de 0,05s. L'évolution de la température dans le domaine pâteux est monotone. On en conclut que le pas de temps du calcul thermique n'a pas besoin d'être réduit dans la suite.

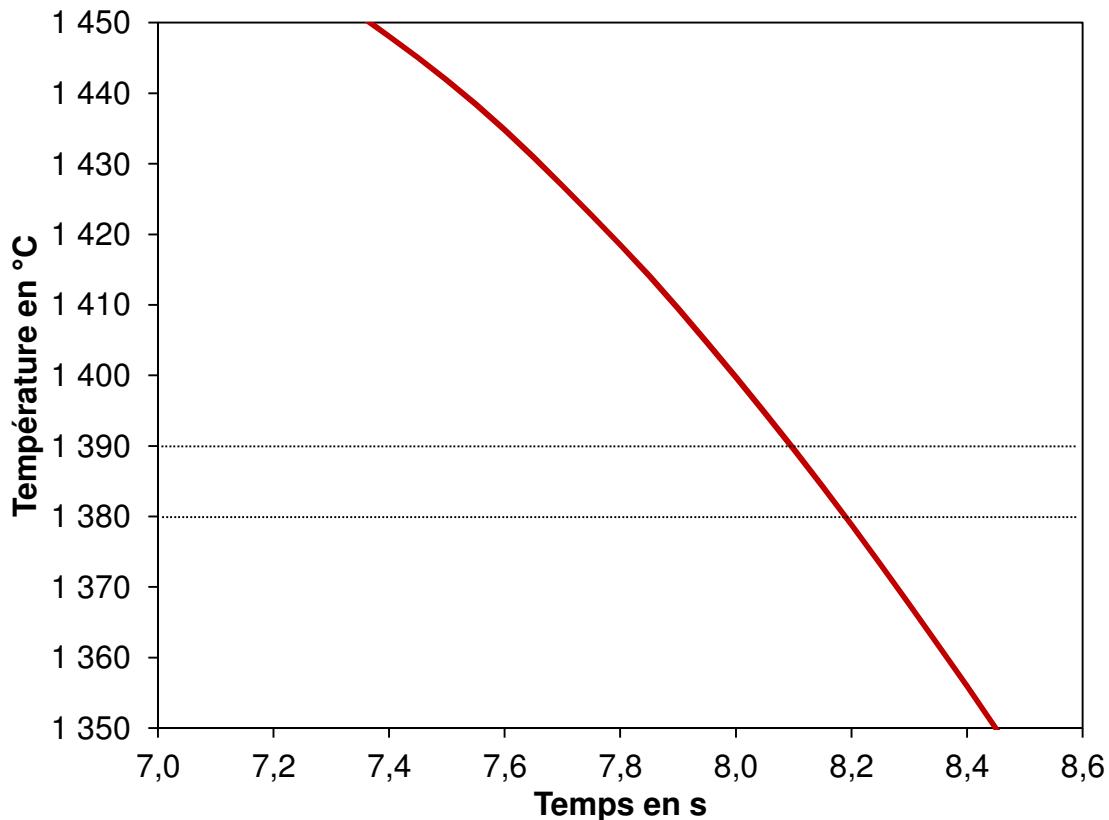


Figure 5-2 : Variation temporelle de la température pour deux pas de temps du maillage FE pour un nœud situé dans la zone fondu pour un macro pas de temps de 0,05s

II. Calculs CAFE_WELD

1. Paramètres de mise en données

Une fois la simulation de l'expérience de soudage réalisée, le résultat du calcul de thermique peut être post-traité par le modèle CAFE. Il faut alors définir les paramètres de mise en données nécessaires au calcul d'automate cellulaire. Ces paramètres sont au nombre de quatre. Dans ce travail, les calculs CAFE_WELD ont été menés exclusivement sur le cas des lignes de soudage.

- Taille de cellule

La taille de cellule est choisie en fonction de la valeur des espacements secondaires. Toutefois, tous les bras secondaires ne participent pas à la sélection des grains. Pour reproduire ce qui se produit pendant la solidification, il suffit d'avoir une taille de cellule correspondant à la distance entre deux bras secondaires actifs [5-6]. Cette distance est de plusieurs λ_2 .

Dans les expériences de soudage, λ_2 varie entre 4 et 5 micromètres. La taille de cellule a été choisie à 25 micromètres, ce qui correspond à 5 espacements secondaires λ_2 mesurés sur les expériences de soudage. Cette taille de cellule est la plus petite qu'il est possible de mettre pour pouvoir effectuer des calculs représentatifs de la microstructure. Cependant, avec des cellules de 25 μm et un gradient d'environ 300 000 K/m au fond du bain, l'erreur de température atteint alors 7,5°C. Cette erreur est non négligeable puisque la surfusion stationnaire pour la vitesse de soudage est de l'ordre de 4,6°C. Ainsi un doute peut s'installer sur la capacité du modèle à bien intégrer les cinétiques de croissance dans le cas des alliages de l'étude. Pour une meilleure simulation, des

cellules de 5 µm aurait été souhaitable, mais malheureusement impossible à mettre en œuvre avec les moyens numériques disponibles.

- Taille des grains à l'interface

Comme il a été mis en évidence dans le chapitre précédent, la modélisation du grossissement des grains à l'état solide est complexe. Dans les calculs présentés dans ce chapitre, ce phénomène n'a pas été pris en compte.

Ainsi, la taille définie dans le fichier weldingParam.d est celle déterminée par les analyses EBSD du chapitre 4. Il faut préciser que cette taille des grains est une grandeur 3D. Cette valeur est ajustée pour correspondre à la même densité de grains à l'interface entre expérience numérique et expérience de soudage. La valeur 3D correspondant aux densités de grains à l'interface de la ligne A600vsFM52 est de 75 µm. La densité de grains n'est pas reliée par une relation à la taille de grains. Différentes tailles de grains numériques ont été testées afin de choisir celle qui donne la bonne densité de grains.

- Loi de surfusion

La loi de surfusion détermine la vitesse de croissance des dendrites, c'est-à-dire des grains. Cette loi est issue des travaux présentés dans le chapitre 3 et est interpolée sous la forme d'un polynôme de degré 3. Pour les calculs de ce travail, cette loi est donnée par $v = 5,5 \cdot 10^{-6} * \Delta T^3 + 5,15 \cdot 10^{-5} * \Delta T^2$. Cette loi tient compte de la forte convection régnant dans le bain fondu (l'ordre de grandeur choisi est de 0,025 m/s). Même si il n'y a pas de modèle fluide dans CAFE_WELD, l'effet de la vitesse d'écoulement du fluide sur la surfusion de pointe est tout de même pris en compte. Cependant, la convection et le gradient thermique évoluent en fonction de leur position dans le bain fondu, ce qui implique une variation de la surfusion pendant la solidification. Afin de simuler au mieux la sélection des grains, les ordres de grandeur de convection et de gradient sont ceux rencontrés au fond du bain.

- Taille de la boîte CAFE_WELD

Pour prendre en compte l'aspect tridimensionnel du problème, la taille de la boîte CAFE doit être suffisamment importante. Tous les calculs présentés dans la suite sont réalisés dans une boîte de dimensions 3*4*5 mm respectivement dans les directions **U**, **N** et **W**. Sauf mention dans le texte, tous les calculs CAFE_WELD sont réalisés avec une telle boîte.

Cette boîte est placée au centre du cordon, c'est-à-dire que le plan **WN** passant par le centre du cordon (plan de symétrie de la soudure) est également plan de symétrie de la boîte CAFE_WELD. L'hypothèse de symétrie au centre du cordon est donc faite ici. Cette hypothèse de symétrie peut être discutée car le voisinage des grains situés au centre du cordon pourrait s'en trouver incorrectement modélisé et par là-même la compétition de croissance faussée. Dans ces conditions, les structures simulées pourraient ne pas représenter l'état stationnaire des cordons caractérisés. La simulation devrait, en effet, couvrir une région suffisamment grande pour pouvoir atteindre un régime permanent en microstructure, sans approximation de symétrie, et avec une intégration adéquate de la cinétique de croissance. Néanmoins, les différentes caractérisations menées dans ce travail n'ont pas montré que les grains situés sur les bords du cordon de soudure parviennent à croître jusqu'au plan médian de la soudure. L'hypothèse de symétrie, au niveau des expériences de

soudage vraies, semble, a priori satisfaites, d'où cette hypothèse pour les expériences de soudage numériques.

2. Structure isotrope avant soudage

La structure initiale étant solide, il convient de créer une microstructure initiale. La méthode choisie dans CAFE_WELD est une construction de Voronoï. Les centres des grains sont distribués aléatoirement dans l'espace défini par la boîte CAFE, puis les cellules prennent l'orientation de leur plus proche centre de grain [5-7]. La distribution des désorientations des grains ainsi créées suivent la distribution de Mackenzie comme on peut le vérifier en analysant le métal de base avec HKL (Figure 5-3). La distribution de Mackenzie est une représentation unidimensionnelle de la distribution des orientations. Elle donne la fréquence relative de l'angle de désorientation entre grains voisins, indépendamment de l'axe de désorientation, pour un échantillon de structure cubique possédant une texture aléatoire.

L'indice de texture déterminé pour ce métal de base est de 1,18, ce qui correspond bien à une structure isotrope. Par ailleurs, on retrouve également le même pourcentage de grains obéissant au critère de sélection des orientations. On trouve ici 28,1%, ce qui correspond bien au pourcentage déterminé expérimentalement dans le chapitre précédent.

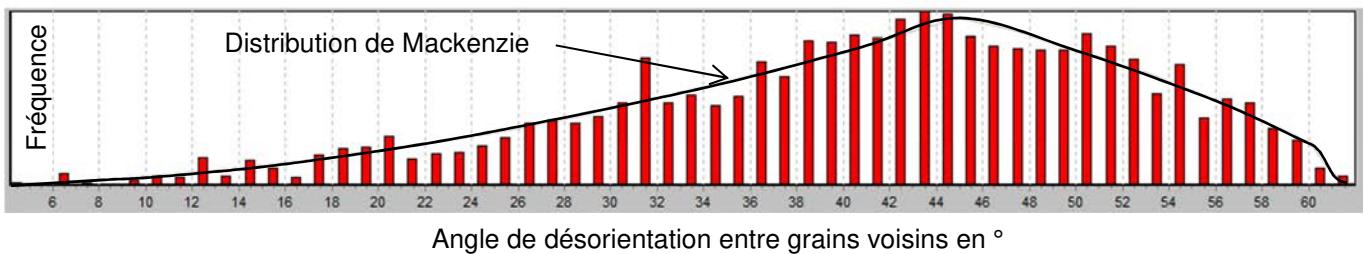


Figure 5-3 : Distribution des angles de désorientation du métal de base généré par CAFE_WELD pour une taille de grain de 0,075mm comparée à la distribution de Mackenzie

3. Méthodes d'analyse des résultats numériques

La méthode d'analyse des résultats de simulations est élaborée de manière à pouvoir comparer les résultats numériques à ceux de l'expérience de soudage. La Figure 5-4 schématisé chaque étape du traitement des résultats des calculs CAFE_WELD.

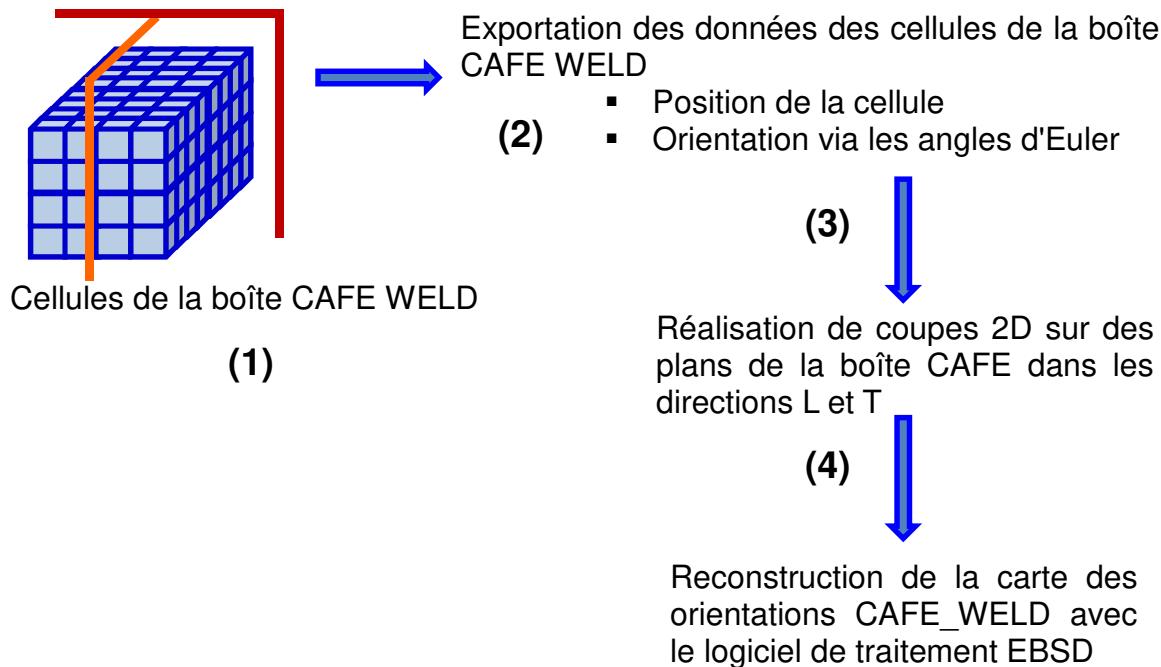


Figure 5-4 : Etapes de la méthode de traitement des résultats des calculs CAFE_WELD

La première étape consiste à réaliser le calcul CAFE_WELD. Ensuite, les données des cellules (orientations cristallographiques via les angles d'Euler et position de la cellule) sont collectées. Les programmes développés par ESI permettent de réaliser des coupes 2D en mode transverse et longitudinal dans la structure simulée. Cette méthode est identique à celle utilisée pour caractériser les expériences de soudage à la différence près que la méthode de traitement d'image n'est pas appliquée pour les données issues de CAFE_WELD. Les données des cellules collectées sur les plans de coupe sont extraites sous forme de fichier txt et introduites dans le logiciel HKL Channel 5. Les cartes d'orientation en mode IPF sont reconstruites et la sélection des grains peut alors être caractérisée avec les mêmes outils que ceux présentés dans le chapitre 4.

Toutes les cartes CAFE_WELD en contraste d'orientation IPF sont données dans leur intégralité, c'est à-dire sur toute la longueur de la boîte CAFE_WELD dans la direction de soudage W.

III. Résultats et discussions

1. Effets des paramètres CAFE_WELD

Cette partie du chapitre est dédiée à l'étude de l'influence des paramètres de CAFE_WELD sur la densité de grains et sur la texture. La taille de cellule et la taille des grains à l'interface sont les paramètres investigués. Pour correspondre au mieux à ce qui a été réalisé dans le chapitre 4, toutes les coupes sont réalisées dans le plan longitudinal WN en passant par le centre du cordon.

1.1.Taille de cellule

1.1.1. Cartes d'orientation des structures simulées

Dans ce paragraphe, l'effet de la taille de cellule sur l'évolution de la densité de grains est étudié. La Figure 5-5 montre les cartes d'orientation données par CAFE_WELD pour trois tailles de cellule : 75, 50 et 25 microns. La taille moyenne des grains du métal de base est de 60 microns.

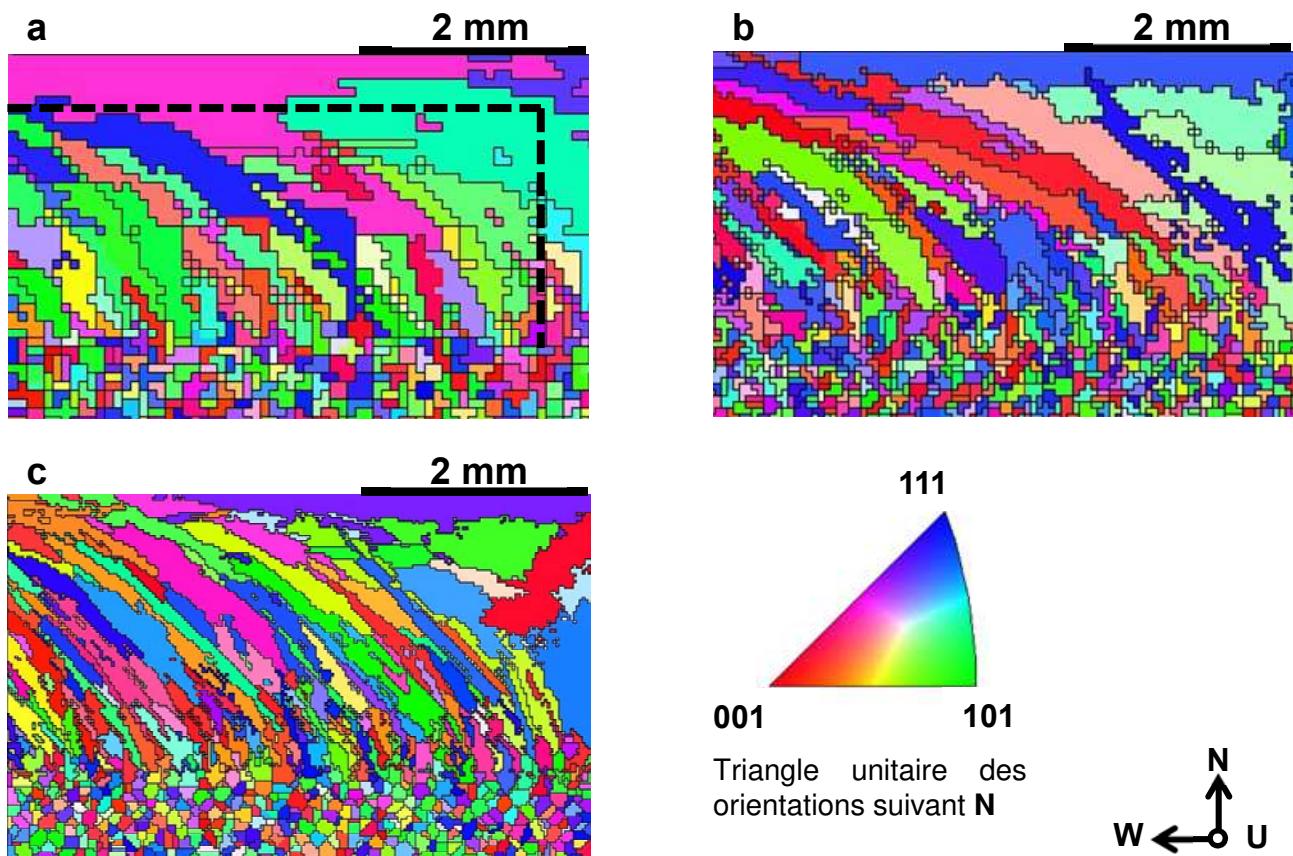


Figure 5-5 : Cartes en mode IPF suivant la direction N des zones fondues issues des calculs CAFE_WELD pour plusieurs tailles de cellule : (a) 75 μm , (b) 50 μm , (c) 25 μm , taille des grains du métal de base : 60 μm

Deux observations sont à relever sur cette figure. On constate d'abord que l'effet de bord est important. Sur les trois cartes présentées en Figure 5-5, un des premiers grains à croître (un des grains situé sur le bord droit de la boite CAFE) se propage dans toute la zone fondues même si il tend à être éliminé pendant la solidification. Ceci est particulièrement visible sur la Figure 5-5a et Figure 5-5b où les grains situés au sommet de la zone fondues traversent la totalité de la carte. Ce résultat s'explique par le fait que les premiers grains à croître dans la zone fondues ont moins de

voisins, donc moins de concurrents. Le grain le mieux orienté dans cette zone de la boîte CAFE croît facilement et met un certain temps avant d'être éliminé.

La taille de cellule doit aussi être prise en compte pour définir la taille des grains à l'interface. Si celle-ci est trop petite par rapport à la taille de cellule, les grains du métal de base ont un aspect très pixellisés (Figure 5-5a et Figure 5-5b) qui engendre une perte d'information sur le nombre de grains présents à l'interface. Certains grains ne peuvent plus être distingués de leurs voisins, d'où la diminution du nombre de grains dans le métal de base avec l'augmentation de la taille de cellule. Lorsque la taille des grains est assez importante par rapport à la taille de cellule, les grains du métal de base sont clairement définis (Figure 5-5c).

Par rapport aux cartes EBSD issues des caractérisations des expériences de soudage où la totalité de la zone fondue est analysée, il convient, pour les expériences numériques, d'ignorer les grains qui se trouvent à l'extrême droite de la carte. Il faut également veiller à exclure les quelques grains qui survivent au sommet de la zone fondue. L'exclusion de ces zones est représentée par les pointillés noirs sur la Figure 5-5a.

1.1.2. Densité de grains

Avec les cartes en mode IPF présentées en Figure 5-5, il est possible de suivre l'évolution de la densité de grains dans la zone fondue en employant la méthode de découpage des cartes présentées dans le chapitre 4. Dans ce cas, les grains de la zone fondue sont considérés comme identiques si et seulement si leurs 3 angles d'Euler sont rigoureusement égaux.

L'évolution de la densité de grains dans la zone fondue donnée en Figure 5-6 est similaire pour les trois tailles de cellule. Néanmoins, la densité de grains finale dans la zone fondue obtenue avec la plus petite taille de cellules est légèrement supérieure à celles obtenues avec les deux autres. Ceci est probablement causé par la meilleure description des grains avec une taille de cellules plus fine. Autrement dit, les grains sont moins pixellisés avec des cellules plus fines. Le phénomène est beaucoup plus marqué dans le métal de base (Figure 5-6). La densité de grains à l'interface augmente avec la diminution de la taille de cellule : elle est de 86, 120 et 190 grains/mm² pour une taille de cellule respectivement de 75, 50 et 25 microns. Il était attendu que la densité des grains soit identique, indépendante de la taille de cellule. Cet effet pourrait être causé par un effet de coupe. Les grains partiellement présents sur le plan de coupe seraient mieux décrits avec des cellules plus petites.

Il existe donc une taille critique de cellule pour décrire au mieux la microstructure isotrope générée par le modèle CAFE_WELD. Cette taille critique est dépendante de la taille de la structure isotrope à générer. Il est évident qu'il sera difficile de décrire une structure de 60 microns en utilisant des cellules de 75 microns. Vu les microstructures analysées dans le chapitre 4, il a été choisi de travailler exclusivement avec une taille de cellule de 25 microns. Cette taille présente un bon compromis pour reproduire au mieux la sélection des grains, décrire la microstructure initiale et avoir des temps de calcul raisonnables.

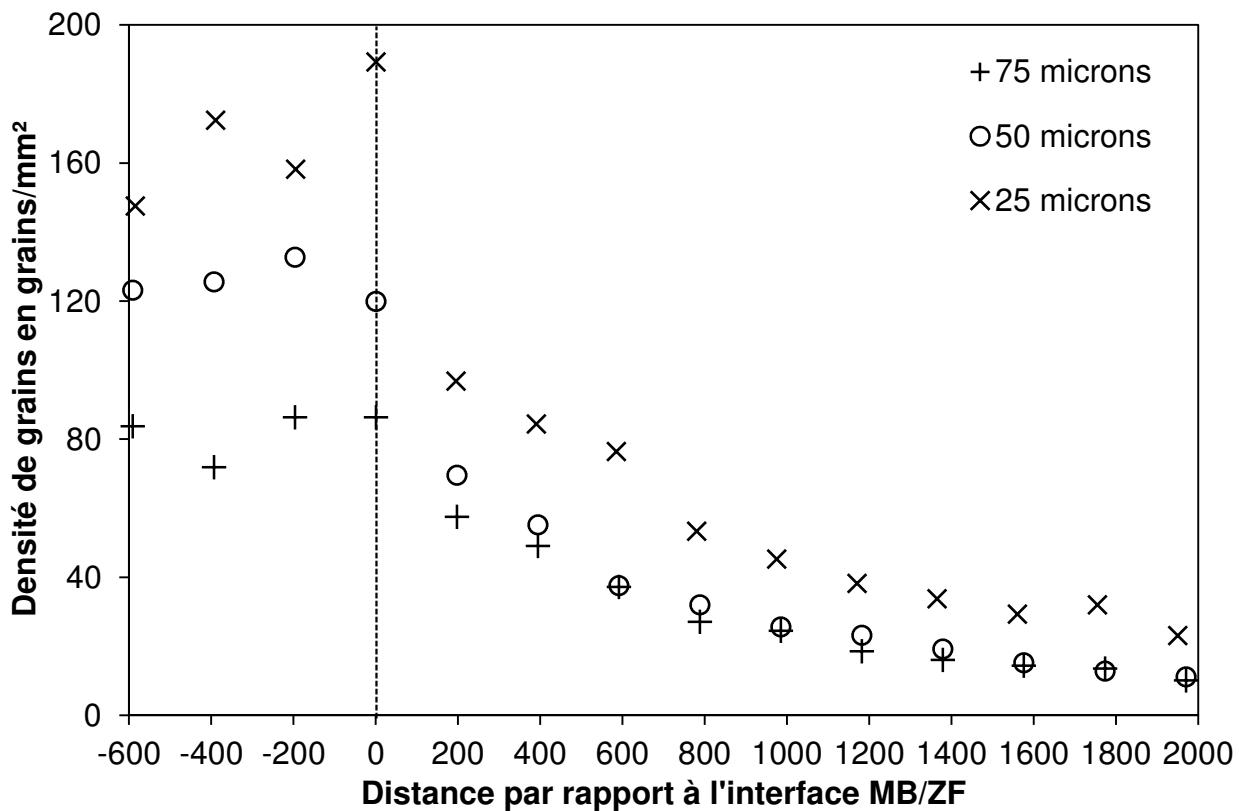


Figure 5-6 : Evolution de la densité de grains en fonction de la distance MB/ZF pour une taille des grains de 0,06 mm et trois tailles de cellule différentes

1.2. Taille des grains à l'interface

Pour ce paragraphe, le seul paramètre CAFE_WELD faisant l'objet d'investigations est la taille des grains du métal de base. La loi de surfusion est celle donnée précédemment et la taille de cellule est de 25 μm .

1.2.1. Cartes d'orientation des structures simulées

Dans cette partie, la taille de cellule et la loi de surfusion sont celles mentionnées dans la section précédente. La Figure 5-7 donne les cartes en mode IPF obtenues pour quatre tailles des grains à l'interface : 20, 40, 75 et 150 μm . Pour pouvoir réaliser le calcul CAFE_WELD, la taille de la boîte CAFE dans le cas de la taille des grains de 20 μm a été réduite à 1 mm dans la direction **U**. Ce post-traitement CAFE_WELD est le cas limite de l'étude puisque la taille de cellules est légèrement supérieure à la taille des grains.

On constate ici les mêmes caractéristiques mise en avant dans le paragraphe précédent concernant l'effet de bord (Figure 5-7a, b, c et d) et la pixellisation des grains si la taille de cellule est trop importante par rapport à la taille des grains initiale (Figure 5-7a).

On note des différences par rapport aux cartes EBSD issues des caractérisations des expériences de soudage, notamment en ce qui concerne les lignes avec des densités de grains à l'interface élevées. Sur la Figure 5-7a et la Figure 5-7b, tous les grains à l'interface croissent dans la zone fondue. Pourtant, il a été clairement montré que, lorsque la densité de grains est élevée, certains grains ne traversent pas l'interface MB/ZF (ligne 316LvsFM52, chapitre 4).

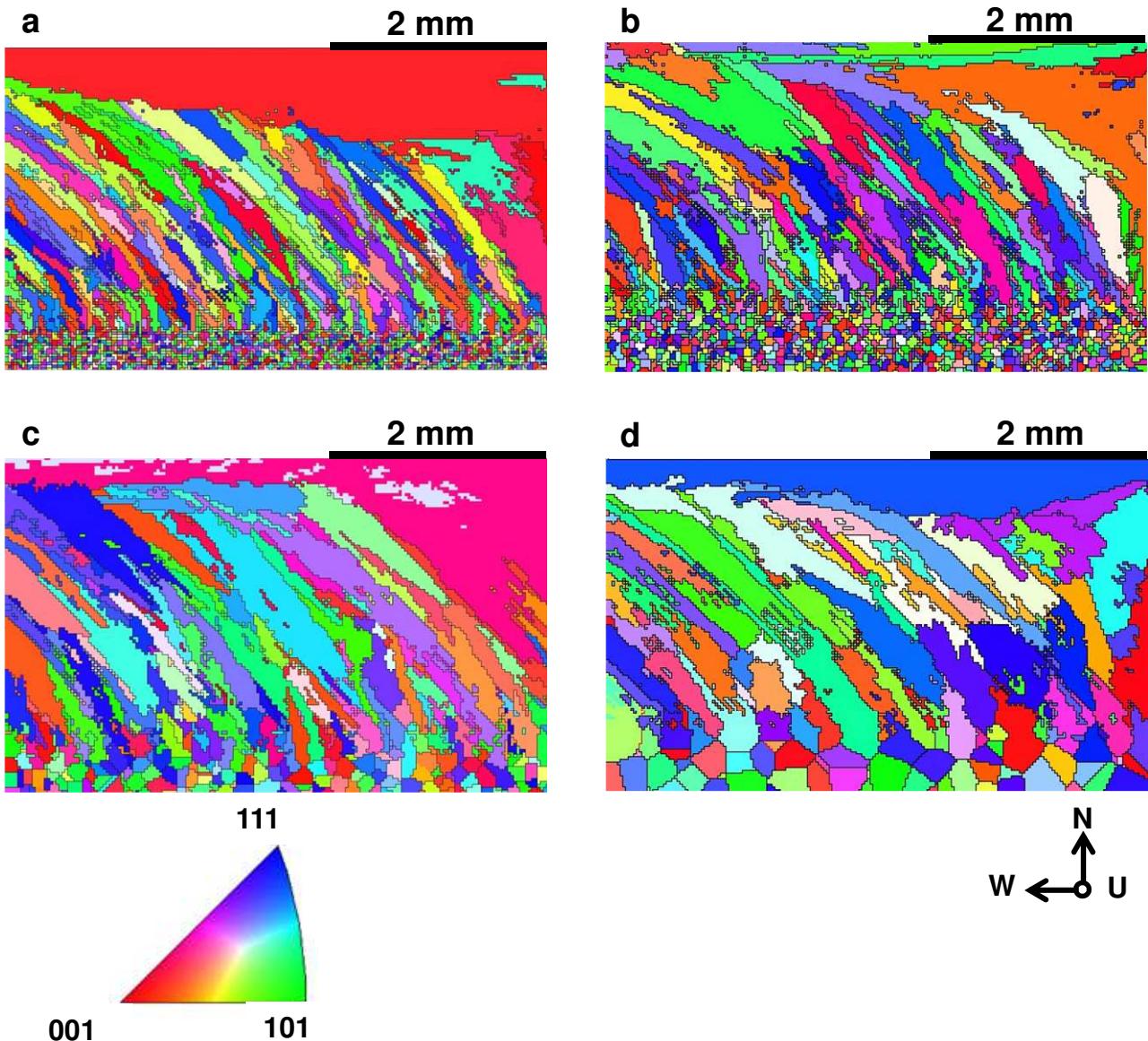
Triangle unitaire des orientations suivant **N**

Figure 5-7 : Cartes en mode IPF suivant la direction **N** des zones fondues issues des calculs CAFE_WELD pour plusieurs tailles des grains à l'interface : (a) 20 μm , (b) 40 μm , (c) 75 μm et (d) 150 μm , taille de cellule de 25 μm

1.2.2. Densité de grains

La Figure 5-8 donne l'évolution de la densité de grains par rapport à la distance à l'interface MB/ZF pour les différentes tailles de grains testées précédemment. La densité de grains est constante sous l'interface du fait de la non prise en compte du grossissement des grains à l'état solide dans les calculs CAFE_WELD. Pour les densités de grains importantes à l'interface MB/ZF (300 et 700 grains/ mm^2), on assiste à une diminution rapide de la densité de grains pour atteindre une valeur asymptotique après 600 μm . Pour les faibles densités de grains à l'interface, la densité de grains évolue lentement vers la même valeur asymptotique que les simulations mettant en jeu une densité de grains élevée. On retrouve ici les mêmes caractéristiques que celles mise en évidence dans le chapitre 4.

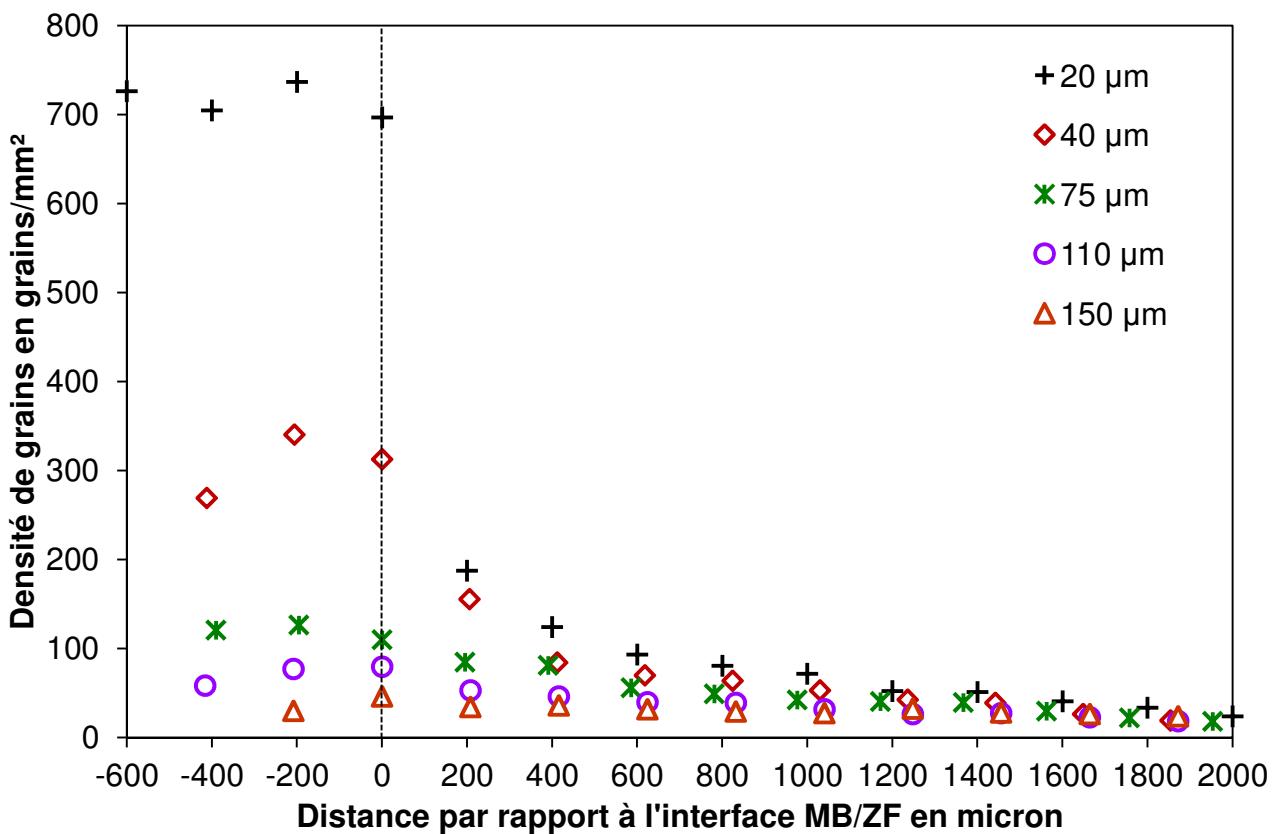


Figure 5-8 : Evolution de la densité de grains en fonction de la distance par rapport à l'interface MB/ZF pour différentes tailles moyennes des grains dans le MB

2. Comparaisons entre expériences numériques et vraies

2.1. Lignes de soudage

2.1.1. Densité de grains

La première comparaison concerne l'évolution de la densité de grains dans la zone fonduة. La barre d'erreur utilisée est issue du calcul de l'écart-type de la densité de grains mesuré sur les trois lignes de soudage dans le cas de la coupe transverse. Les mesures considérées sont celles situées à 400 microns de l'interface MB/ZF, une fois que la densité de grains reste stable. Cette erreur est de +/- 10 grains/mm².

La Figure 5-9 compare l'évolution de la densité de grains des simulations CAFE_WELD pour différentes tailles des grains à l'interface avec celles des zones fondues des lignes de soudage A600vsFM52 et 316LvsFM52. Les résultats numériques se superposent relativement bien aux résultats expérimentaux si l'on excepte le grossissement des grains à l'état solide loin de l'interface MB/ZF. Le modèle CAFE_WELD reproduit une transition abrupte de la densité de grains entre MB et ZF lorsque la taille des grains du MB est petite. Néanmoins, il a été mis en évidence sur la reconstruction des cartes d'orientation que ce phénomène n'est pas reproduit de la même façon dans l'expérience numérique et dans l'expérience « vraie ».

Il a été montré au chapitre précédent que certains grains bloquent instantanément la croissance de leurs voisins à l'interface MB/ZF. Le mécanisme de sélection est donc différent entre l'expérience vraie et l'expérience numérique pour les densités de grains élevées à l'interface

MB/ZF. Il faut aussi signaler que, si la densité de grains mesurée sur la ligne A600vsFM52 (98 grains/mm²) correspond bien à celle entrée dans CAFE_WELD (110 grains/mm²), ce n'est pas le cas de la ligne 316LvsFM52 où la densité de grain est de 2520 grain/mm² alors que la densité de grains maximale que permet CAFE_WELD est 697 grains/mm². Pour cette expérience, le modèle éprouve des difficultés pour suivre l'évolution de la densité de grains en début de zone fondu. La correspondance est bonne après 600 µm. Enfin, on constate également que la densité de grains prévue par CAFE_WELD diminue toujours avec l'augmentation de la distance par rapport à l'interface MB/ZF. Dans le cas des expériences de soudage, la densité de grains atteint une valeur asymptotique (chapitre 4). Il reste donc à comparer les textures pour valider le modèle CAFE_WELD.

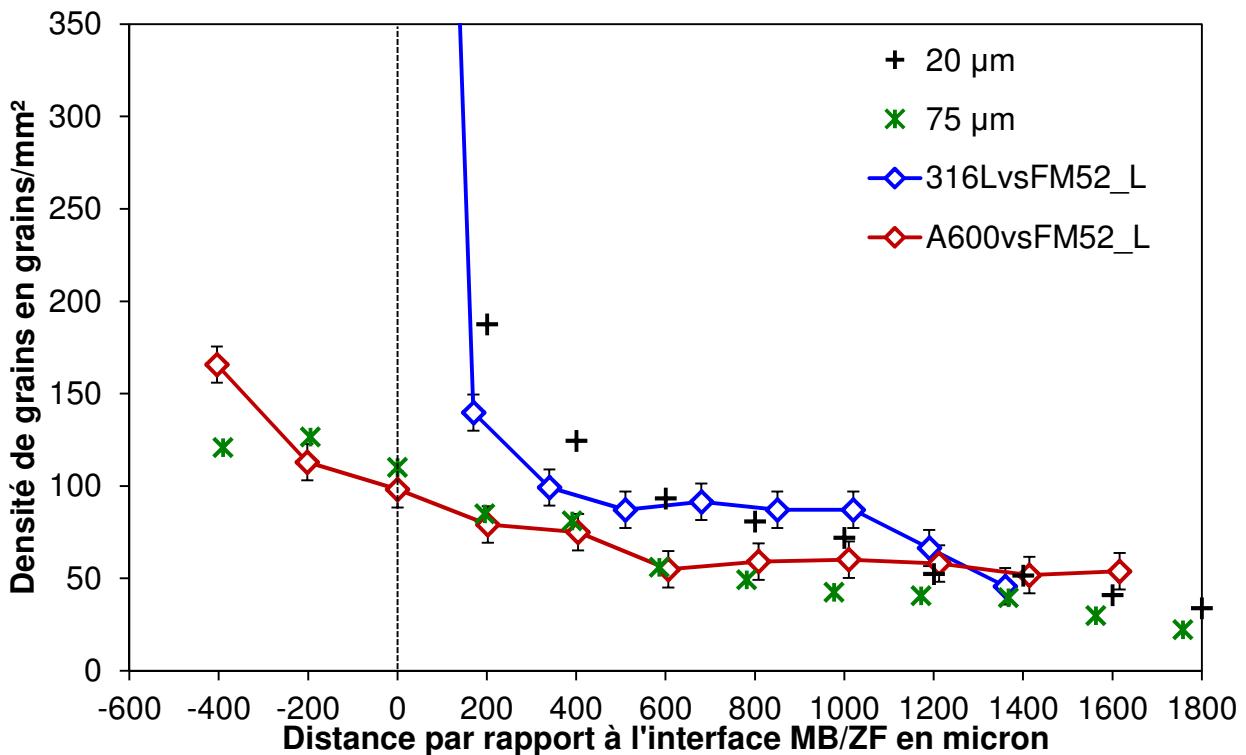


Figure 5-9 : Comparaison de l'évolution de la densité de grains dans la zone fondu entre calculs CAFE_WELD et expériences de lignes de soudage

2.1.2. Texture de la zone fondu

La Figure 5-10 compare les figures de pôles obtenues en considérant les données des grains des zones fondues de la ligne de soudage A600vsFM52 et la simulation CAFE_WELD de cette même expérience de soudage. Comme on peut le voir sur la Figure 5-10, la zone fondu issue du calcul CAFE_WELD ne présente pas de fibre <100> contrairement à la zone fondu de l'expérience de soudage. On ne peut donc pas suivre l'évolution du degré de texturation de la zone fondu dans le cas du calcul CAFE_WELD. Néanmoins, il est possible de suivre l'évolution de l'orientation des grains dans la zone fondu en comparant les figures de pôles obtenues pour différentes positions par rapport à l'interface MB/ZF.

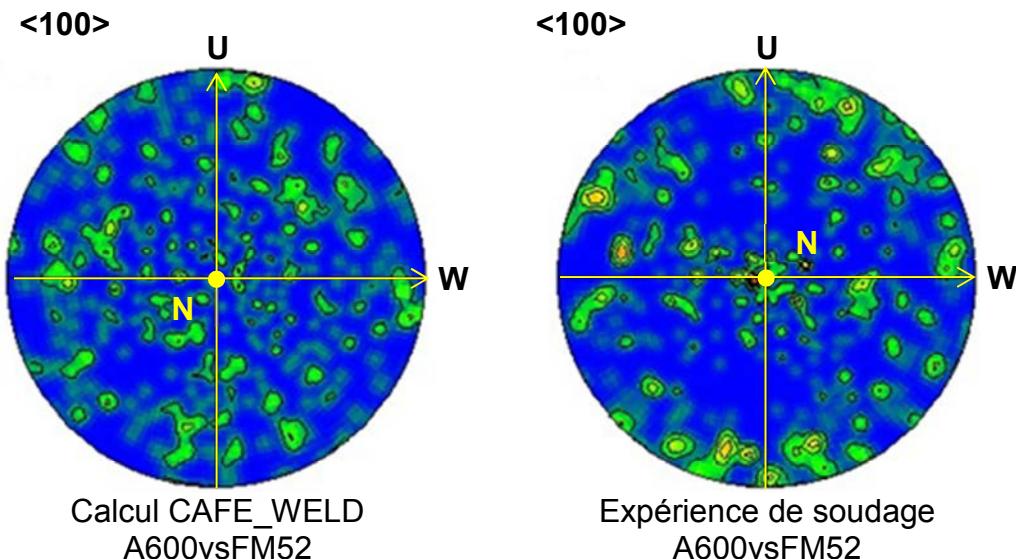


Figure 5-10 : Comparaison des figures de pôles obtenues pour les ZF du calcul CAFE_WELD et pour l'expérience de soudage A600vsFM52

La Figure 5-11 compare l'évolution des figures de pôles en fonction de la distance par rapport à l'interface MB/ZF de la ligne de soudage A600vsFM52 avec l'évolution des figures de pôles de sa simulation CAFE_WELD. Comme on peut le voir sur les deux premières figures de pôles, la sélection des grains obtenue dans CAFE_WELD est différente de celle obtenue dans l'expérience de soudage. La figure de pôles obtenue à 210 µm (Figure 5-11) de l'interface MB/ZF dans le cas de l'expérience met déjà en évidence la présence de la fibre <100> centrée sur la direction N (cercle rose fuchsia, Figure 5-11) alors qu'il n'y a rien de tel sur la figure de pôles obtenue à 195µm de l'interface MB/ZF donnée par le modèle CAFE_WELD.

Dans le cas de l'expérience de soudage, l'axe de zone est de plus en plus marqué au fur et à mesure que l'on s'éloigne de l'interface. On observe également la présence d'une fibre <100> secondaire à partir de 630 µm (cercles jaunes, Figure 5-11). Les grains orientés suivant cet axe seraient ceux dont la croissance est favorisée par la rotation du gradient thermique se produisant dans la zone fondu.

Dans le cas du calcul CAFE_WELD, la texture de la zone fondu est inexiste après 200 microns et il n'y pas de réelle évolution de l'orientation des grains présents dans la zone fondu simulée (Figure 5-11). Le relatif faible nombre de grains analysés avec HKL sur les simulations CAFE_WELD et l'effet de bord peuvent être la cause d'une texture peu marquée. Néanmoins, cela n'explique pas l'absence de l'axe de zone après 195 µm.

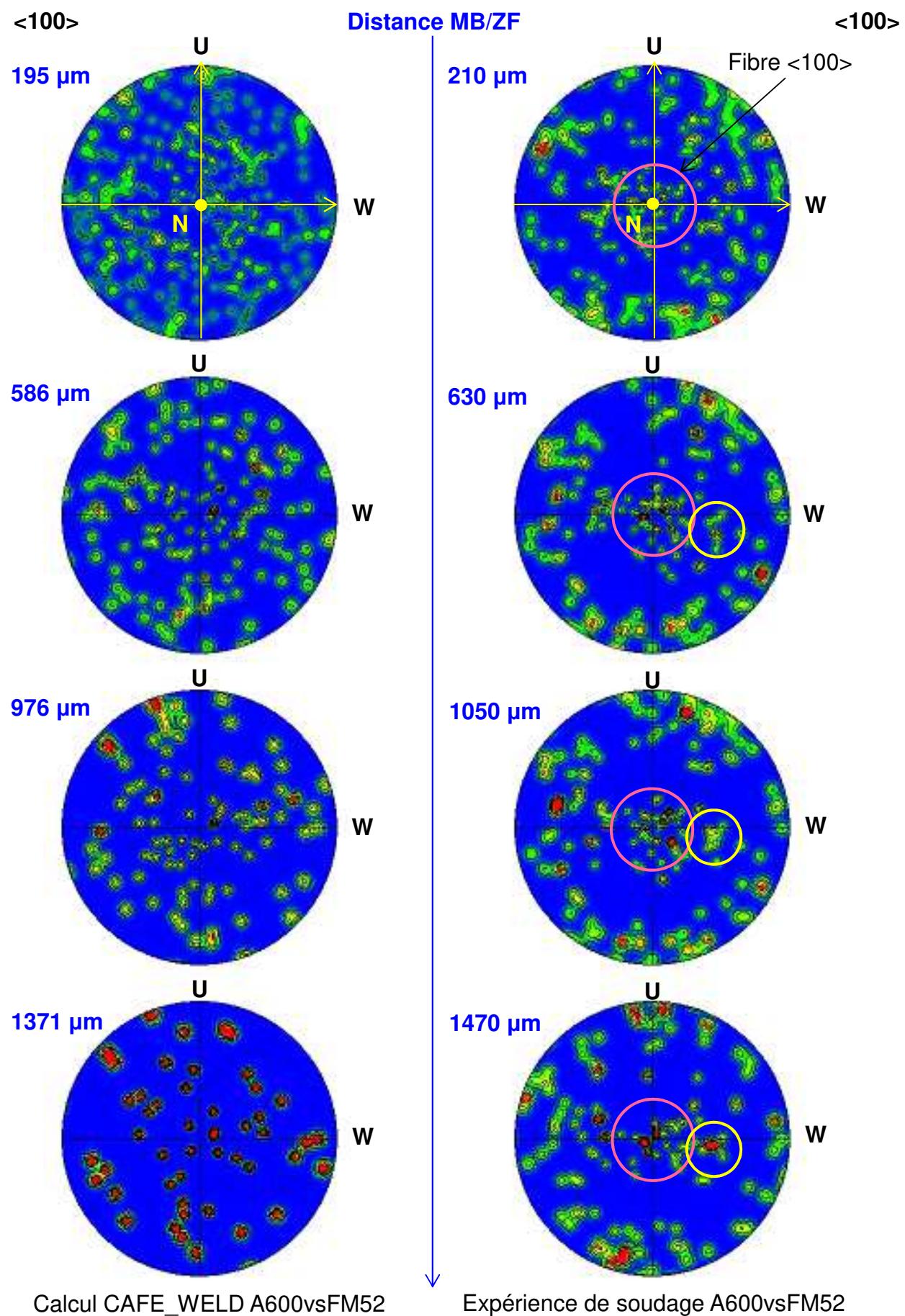


Figure 5-11 : Evolution des figures de pôles dans la ZF pour la ligne de soudage A600vsFM52 et sa simulation

2.1.3.Éléments bibliographiques

Les travaux les plus avancés en simulation numérique de microstructures soudées sont les travaux de Chen [5-8]. Les auteurs [5-8] présentent des résultats de simulation de soudage obtenus par le modèle CAFE dans le cas du procédé TIG multi-passes. Le métal de base est l'alliage URANUS 2202, qui est un acier austéno-ferritique (90% - 10% massique). Le maillage éléments finis est différent de celui employé par SYSWELD. Chen [5-8] prend en compte l'apport de matière en intégrant une méthode Level Set pour suivre l'évolution de l'interface entre le gaz plasmagène et le bain fondu. La source de chaleur est une Goldak et il n'y a pas de prise en compte de l'écoulement du bain. Les calculs CAFE sont réalisés en couplage fort, c'est-à-dire avec rétroaction du maillage automate cellulaire sur le maillage élément fini.

Ces travaux sont purement numériques. Les conditions de soudage sont proches de nos conditions (vitesse de soudage de 1 mm/s, puissance moyenne de 4500 W, expérience D1). La Figure 5-12 donne les figures de pôles issues des données de grains des calculs CAFE données par Chen [5-8] dans le cas de l'expérience mentionnée précédemment. De façon analogue à la méthode de découpage des cartes utilisée dans les chapitres 4 et 5, les figures de pôles données par [5-8] sont réalisées sur des sections de 3 mm de large et 18 mm de long. La Figure 5-12 montre bien qu'une texture selon $<100>$ se développe dans la soudure numérique. On peut regretter que, dans son état actuel, CAFE_WELD n'est pas en mesure de reproduire, même qualitativement, ces résultats. La présence d'une fibre $<100>$ sur les microstructures CAFE_WELD aurait permis de caractériser finement la sélection des grains s'opérant au cours du soudage numérique.

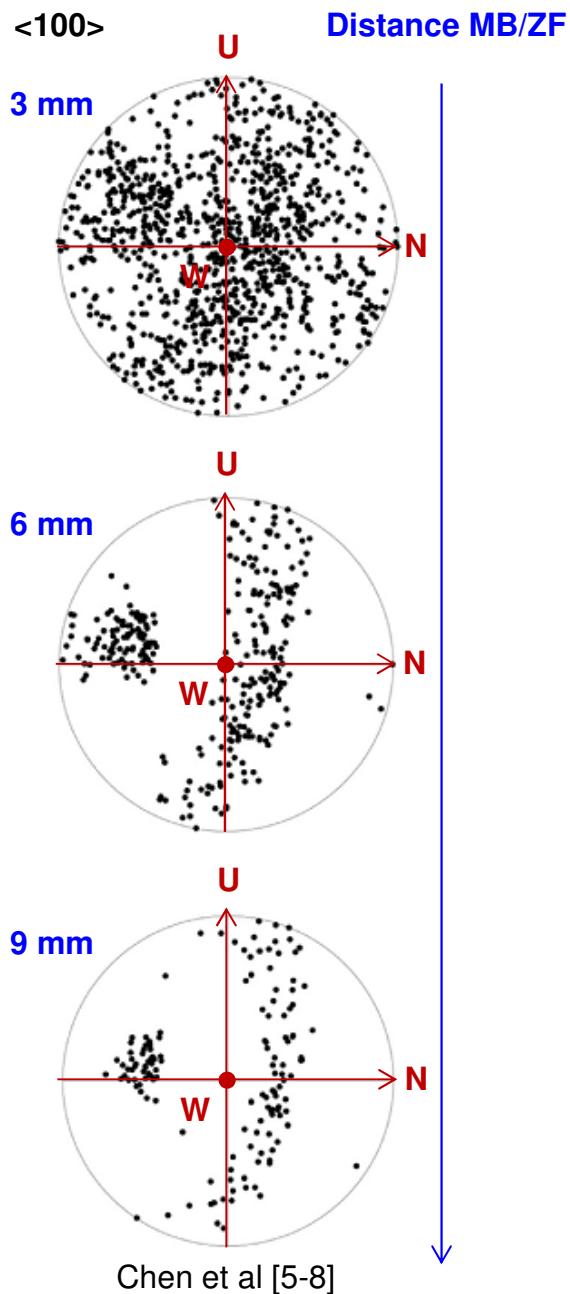


Figure 5-12 : Comparaison des figures de pôles données par les calculs CAFE de Chen et al [5-8] pour l'expérience D1

2.2.Paramètres influençant la sélection des grains

2.2.1. Forme du bain fondu

Il a été montré dans le chapitre 4 que la croissance des grains s'effectuait suivant leur orientation par rapport au gradient thermique. Donc, si la forme du bain fondu numérique ne correspond pas à celle du bain vrai, la texture résultante sera différente. Il convient donc de vérifier que les deux bains sont identiques.

La Figure 5-13 donne les éléments nécessaires à la comparaison de la forme du bain fondu obtenue lors de la ligne de soudage A600vsFM52 et de l'expérience numérique associée. La Figure 5-13a est une macrographie en coupe L de la ligne de soudage A600vsFM52. Cette macrographie permet de distinguer les lignes représentant l'interface entre le liquide et le solide quand le courant passe de l'intensité forte à l'intensité faible. Ces lignes sont mises en évidence sur la Figure 5-13b. La Figure 5-13c présente le bain fondu de l'expérience numérique. Comme on peut le voir, les deux bains présentent une forme relativement similaire (Figure 5-13b et Figure 5-13c). Les textures devraient donc être semblables, or ce n'est pas le cas. La différence entre les largeurs des zones fondues s'explique par le fait que, si la coupe passe exactement au centre du cordon dans le cas numérique, ceci n'est pas vrai pour la découpe des plaques.

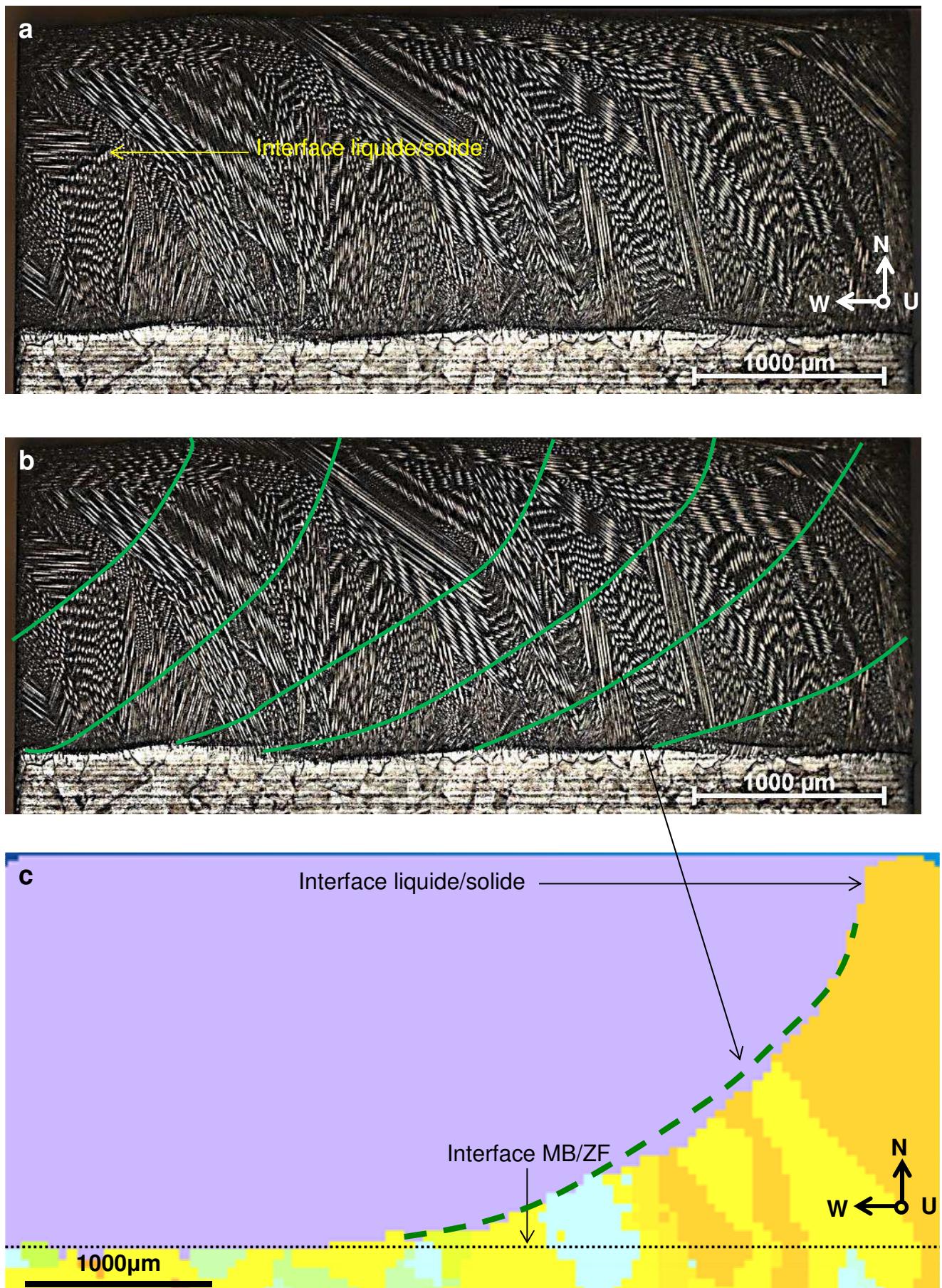


Figure 5-13 : Comparaison de la forme des bains fondus relevés sur les macroographies de la ligne A600vsFM52 (a) et (b) et la forme du bain prédite par CAFE_WELD (c)

La forme du bain numérique n'est en aucun cas responsable de l'absence de texture. Ceci conforte l'idée selon laquelle la sélection des grains n'est pas gérée correctement par le modèle CAFE_WELD. L'amélioration de la prédiction des textures par le modèle CAFE_WELD passe donc par l'introduction du critère de sélection des orientations défini dans le chapitre 4.

2.2.2. Taille de cellule

Le dernier paramètre pouvant influencer la sélection des grains est la taille de cellule du maillage automate cellulaire. Si ce dernier est trop grossier, la sélection des grains ne peut être reproduite de façon convenable. La ligne de soudage A600vsFM52 a donc été simulée en utilisant une taille de cellule de 10 μm . L'évolution des figures de pôles dans la zone fondue pour les simulations réalisées avec des tailles de cellules de 10 et 25 microns est donnée en Figure 5-14 pour une taille des grains à l'interface de 75 microns.

Cette figure montre que, même avec une taille de cellule plus petite, il n'y a pas plus de sélection à 200 μm de l'interface MB/ZF. Les deux figures de pôles ne présentent pas d'axe de zone comme rencontré sur les expériences de soudage vraies. L'évolution de la figure de pôles dans la zone fondue est très semblable d'une taille de cellule à l'autre (Figure 5-14). La taille de cellule n'est donc pas responsable de l'absence de texturation de la zone fondue.

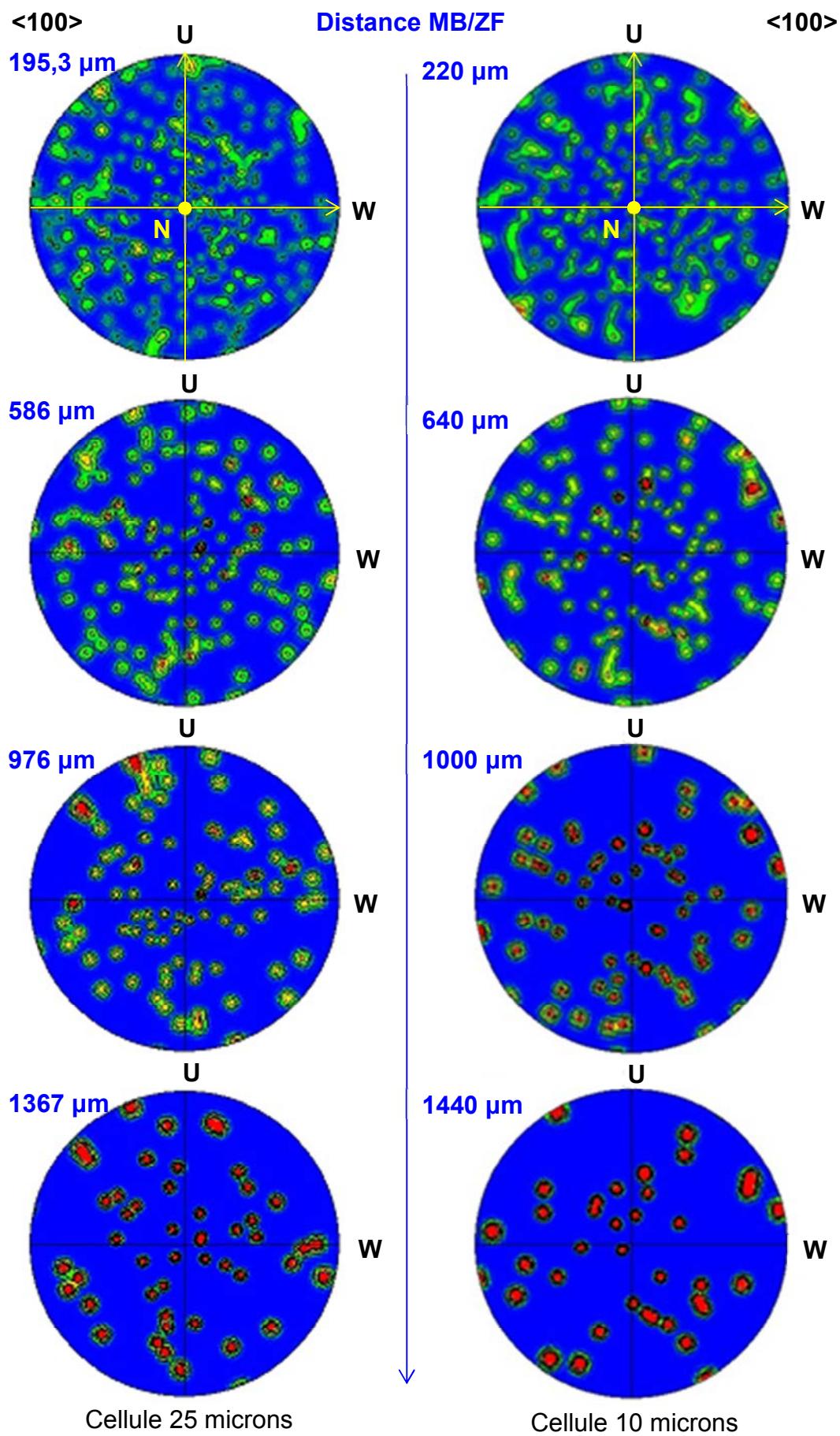


Figure 5-14 : Evolution des figures de pôles dans la ZF pour la simulation de la ligne de soudage A600vsFM52 avec une taille de cellules de 25 et 10 microns pour une taille des grains à l'interface de 75 microns

Conclusions

Ce chapitre a permis de comparer les résultats des expériences numériques à ceux des expériences vraies. Tout d'abord, le modèle thermique utilisé par SYSWELD permet de bien reproduire la forme du bain fondu obtenu sur les expériences de soudage. La structure isotrope du métal de base numérique générée par CAFE_WELD possède les mêmes propriétés microstructurales que celles du métal de base vrai. Toutes les conditions sont donc remplies pour pouvoir reproduire numériquement l'établissement des structures de solidification en soudage.

Pourtant, les propriétés de la zone fondue numérique diffèrent de celles de la zone fondue de l'expérience de soudage. D'abord, il y a moins de grains survivants dans la zone fondue numérique par rapport à l'expérience vraie. Ensuite, aucune texture n'est relevée dans la zone fondue numérique. L'amélioration du modèle CAFE_WELD pourrait passer par la compréhension théorique du critère de sélection des grains défini au chapitre 4 pour l'intégrer dans le modèle.

Les enjeux de la prédiction des structures dans les soudures vont bien au-delà du contrôle non destructif. On peut envisager, en plus du calcul de solidification, de modéliser le grossissement des grains à l'état solide et prévoir les éventuelles transformations de phases pouvant se produire dans cette même ZAT [5-9]. Il s'agira d'être capable de prédire les évolutions structurales dans la ZAT induite par les cycles thermiques du soudage et également celles induites par la diffusion des éléments du métal d'apport dans le métal de base (c'est-à-dire dans la ZAT). L'idée est d'intégrer l'ensemble de ces phénomènes métallurgiques pour mieux comprendre les mécanismes de fissuration en soudage et prédire les comportements mécaniques à froid des joints soudés. À titre d'exemple, le modèle CAFE a déjà fait l'objet d'un couplage avec la théorie des défauts comme la fissuration à chaud en soudage [5-10].

Liste des figures du chapitre 5

Figure 5-1 : Maillage élément fini utilisé pour modéliser la ligne de soudage A600vsFM52	162
Figure 5-2 : Variation temporelle de la température pour deux pas de temps du maillage FE pour un nœud situé dans la zone fondu pour un macro pas de temps de 0,05s	164
Figure 5-3 : Distribution des angles de désorientation du métal de base générée par CAFE_WELD pour une taille de grain de 0,075mm comparée à la distribution de Mackenzie.....	166
Figure 5-4 : Etapes de la méthode de traitement des résultats des calculs CAFE_WELD.....	167
Figure 5-5 : Cartes en mode IPF suivant la direction N des zones fondues issues des calculs CAFE_WELD pour plusieurs tailles de cellule : (a) 75 μm , (b) 50 μm , (c) 25 μm , taille des grains du métal de base : 60 μm	168
Figure 5-6 : Evolution de la densité de grains en fonction de la distance MB/ZF pour une taille des grains de 0,06 mm et trois tailles de cellule différentes.....	170
Figure 5-7 : Cartes en mode IPF suivant la direction N des zones fondues issues des calculs CAFE_WELD pour plusieurs tailles des grains à l'interface : (a) 20 μm , (b) 40 μm , (c) 75 μm et (d) 150 μm , taille de cellule de 25 μm	171
Figure 5-8 : Evolution de la densité de grains en fonction de la distance par rapport à l'interface MB/ZF pour différentes tailles moyennes des grains dans le MB	172
Figure 5-9 : Comparaison de l'évolution de la densité de grains dans la zone fondu entre calculs CAFE_WELD et expériences de lignes de soudage	173
Figure 5-10 : Comparaison des figures de pôles obtenues pour les ZF du calcul CAFE_WELD et pour l'expérience de soudage A600vsFM52	174
Figure 5-11 : Evolution des figures de pôles dans la ZF pour la ligne de soudage A600vsFM52 et sa simulation.....	175
Figure 5-12 : Comparaison des figures de pôles données par les calculs CAFE de Chen et al [5-8] pour l'expérience D1.....	177
Figure 5-13 : Comparaison de la forme des bains fondu relevés sur les macrographies de la ligne A600vsFM52 (a) et (b) et la forme du bain prédite par CAFE_WELD (c).....	179
Figure 5-14 : Evolution des figures de pôles dans la ZF pour la simulation de la ligne de soudage A600vsFM52 avec une taille de cellules de 25 et 10 microns pour une taille des grains à l'interface de 75 microns	181

Bibliographie du chapitre 5

- [5-1] R. Han, W. Dong, D. Li, Y. Li, The morphological evolution of the axial structure and the curved columnar grain in the weld, Journal of Crystal Growth 431, 2015, 49 – 59
- [5-2] Norme ISO/TS 18166, Technical specification, Numerical welding simulation – Execution and documentation, first edition, 2015
- [5-3] J.-M. Bergheau, Modélisation numérique des procédés de soudage, Techniques de l'ingénieur, référence bm7758, 2004
- [5-4] J.A. Goldak, A. Chakravarti, J. Bibby, A new finite element model for welding heat source, Metallurgical Transactions, 15B, 1984, 299 – 305
- [5-5] G. Guillemot, Ch.-A. Gandin, H. Combeau, R. Heringer, A new cellular automaton-finite element coupling scheme for alloy solidification, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering 12, 2004, 545 – 556
- [5-6] Ch.-A. Gandin, M. Rappaz, A coupled finite element-cellular automaton model for the prediction of dendritic grain structures in solidification processes, Acta Metallurgica and Materialia, Volume 42, Number 7, 1994, 2233 – 2246
- [5-7] P. Milh, AREVA – CALCOM ESI GROUP, Prédition numérique de la texture des grains d'un acier 316L après une opération de soudage, Rapport de stage de fin d'étude, 2012
- [5-8] S. Chen, G. Guillemot, Ch.-A. Gandin, Three-dimensional cellular automaton – finite element modeling of solidification grain structures for arc-welding processes, Acta Materialia 115, 2016, 448 – 467
- [5-9] J.W. Elmer, T.A. Palmer, W. Zhang, B. Wood, T. Debroy, Kinetic modeling of phase transformations occurring in HAZ of C-Mn steel welds based on direct observations, Acta Materialia 51, 2003, 3333 – 3349
- [5-10] C. Bordeuil, A. Niel, Modelling of hot cracking in welding with a cellular automaton combined with an intergranular fluid flow model, Computational Materials Science 82, 2014, 442 – 450

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Le travail présenté dans ce manuscrit s'inscrit dans le projet MUSICAS (Méthodologie Unifiée de la Simulation de l'Intégrité et la Contrôlabilité des Assemblages Soudés), porté par les problématiques des partenaires industriels comme AREVA, DCNS, ESI et RENAULT. Le but de cette thèse est de caractériser et de modéliser les structures de solidification en soudage TIG d'alliages austénitiques. Le premier objectif de cette thèse est de définir des modèles thermométallurgiques avancés permettant de mettre en lumière les mécanismes conduisant aux propriétés des soudures vraies. Le second objectif est de développer, en collaboration avec AREVA et ESI, le modèle CAFE_WELD. Ce modèle permet de réaliser des soudures numériques dont la mise en données correspond aux expériences de soudage vraies. Cette démarche permet de savoir si les soudures numériques présentent bien les mêmes caractéristiques que les soudures vraies, et proposer des voies d'amélioration le cas échéant.

Dans un premier temps, ce travail s'est intéressé à caractériser finement les phénomènes de solidification sur le métal d'apport FM52, dont la composition est voisine de celle des alliages à souder (A600 et A690). Nous nous sommes concentrés sur l'établissement des lois de comportement des espacements primaire et secondaire en fonction des paramètres de solidification, sur la caractérisation de la microségrégation, à la fois en condition de solidification dirigée et de soudage TIG. Des calculs Thermocalc ont été menés, à la fois pour valider l'utilisation de la base de données et définir les grandeurs thermodynamiques nécessaires à la mise en données du modèle de surfusion de pointe KGT en tenant compte de la convection dans le bain fondu. Ceci réalisé, le modèle de microségrégation de Tong Beckermann a pu être utilisé pour prédire le champ de microségrégation de l'alliage FM52 pour toutes les conditions de solidification. Deux résultats sont à retenir. D'abord, il a été montré que la convection n'a pas de rôle significatif sur la microségrégation en soudage pour cet alliage. Ensuite, il est apparu que la finesse des microstructures de solidification doit être prise en compte pour caractériser la microségrégation, particulièrement en soudage.

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés aux différentes expériences de soudage. Les caractérisations microscopiques ont permis de mettre en avant deux phénomènes de croissance épitaxiale. Un mécanisme « normal », où tous les grains présents à l'interface MB/ZF croissent dans la zone fondu, et un mécanisme de croissance épitaxiale « anormale » où certains grains voient leur croissance favorisée au détriment de leurs voisins, et ce, indépendamment de l'orientation des grains par rapport au gradient thermique. Plusieurs hypothèses ont été émises, notamment le fait d'avoir des grains de petites tailles à l'interface MB/ZF.

Ce travail propose une nouvelle méthodologie pour suivre l'évolution de la sélection des grains pendant le soudage. Cette démarche passe par la définition d'un critère de sélection des orientations cristallines. En d'autres termes, cela signifie que les grains qui survivent dans la zone fondu ont une orientation particulière. Cette orientation est exprimée par l'angle de désorientation entre le gradient thermique et une direction $<100>$ des grains. Les expériences de soudage ont permis de montrer que le gradient thermique pilotant le critère est vraisemblablement le gradient au fond du bain orthogonal à l'interface MB/ZF. L'angle de désorientation définissant le critère est de 25° . Ce critère a conduit à une nouvelle propriété microstructurale : le degré de texturation, c'est-à-dire le pourcentage de grains obéissant au critère de sélection des orientations. Le suivi du degré de

texturation dans la zone fonduة permet de suivre la sélection des grains. Vu que le cordon de soudure est déposé sur le métal de base (avec ou sans grossissement des grains à l'état solide), il convient d'en connaître les propriétés microstructurales.

Le degré de texturation initial sur lequel vont croître les structures de soudage est identique dans tous les cas malgré le grossissement des grains. Cette caractéristique est causée par le caractère aléatoire du grossissement des grains. Au cours de la solidification, les grains en dehors du critère sont éliminés. Les résultats semblent indiquer que la sélection des grains est effective lorsque tous les grains restant dans la zone fonduة obéissent au critère.

L'établissement de la texture dans la zone fonduة n'est pas immédiat. La rotation du gradient thermique en soudage semble retarder son apparition. Ceci est bien mis en évidence lors du soudage multi-passes. Suivant la position de l'interface $n^{\text{ième}}$ passe/ $n+1^{\text{ième}}$ passe, la nouvelle zone fonduة se développe sur une microstructure possédant un certain degré de texturation. Suivant la refusion, la sélection des grains est établie pour une distance à l'interface MB/ZF plus ou moins grande. Enfin, il a été constaté que la $n+1^{\text{ième}}$ passe n'engendre pas de ZAT dans la $n^{\text{ième}}$ passe. Le caractère anisotrope et la taille importante des grains issus du soudage en sont sûrement responsables.

Les simulations CAFE_WELD donnent des résultats mitigés pour la prédiction des structures de solidification en soudage. Si l'évolution de la densité de grains rencontrée dans les expériences de soudage paraît être reproduite de façon correcte par le modèle, l'établissement de la texture dans la zone fonduة simulée ne correspond pas à celle caractérisée par EBSD. Il semble donc que les phénomènes physiques pris en compte dans CAFE_WELD ne sont pas suffisants pour décrire correctement l'établissement des microstructures en soudage. Les éléments présentés dans cette thèse montrent que le modèle CAFE_WELD n'est pas capable de gérer la sélection des orientations s'opérant à l'interface entre le métal de base et la zone fonduة au fond du bain. Il est donc nécessaire d'améliorer ce modèle en intégrant le critère de sélection des orientations déterminé dans ce travail. CAFE_WELD réalise un post-traitement du calcul de thermique. Il n'y a pas de prise en compte du rejet de chaleur latente pendant la solidification. Il convient donc de réaliser des comparaisons de soudures vraies avec des soudures numériques produites par un calcul CAFE conventionnel (avec rétroaction du maillage CA sur le maillage FE). Cette démarche permettrait de conclure sans ambiguïté sur la capacité de ces modèles à traiter la solidification en soudage. Enfin, ce type de simulation doit être capable de considérer les deux modes de croissance épitaxiale. Si c'est le cas pour la croissance épitaxiale « normale », la croissance épitaxiale « anormale » n'est pas considérée à ce jour. Il faut mentionner ici la force des expériences numériques qui est de pouvoir découpler les effets physiques, ce qui n'est pas possible dans la réalité. Il est donc vital de pouvoir quantifier l'impact de ces différents phénomènes physiques (rejet de chaleur latente en solidification, convection dans le bain liquide, interactions des champs de soluté...) sur les propriétés microstructurales des soudures numériques et de mettre en avant les synergies entre eux. La compréhension des mécanismes à l'origine de la formation des microstructures soudées en sera facilitée.

Les perspectives liées à ce travail sont nombreuses. Seules les plus intéressantes seront présentées.

D'abord, les démarches mises au point dans ce travail pour caractériser les soudures pourraient être appliquées pour expliquer la formation des textures dans les pièces élaborées par fabrication

additive. À long terme, pourquoi ne pas chercher à simuler ces pièces avec un modèle de solidification de type CAFE et l'appliquer à l'assistance des contrôles CND de ces pièces ?

Ces travaux se sont limités à certains alliages austénitiques pour les mêmes conditions de soudage. Il conviendrait d'étudier la sélection de grains dans d'autres conditions, et d'établir la variation (ou non) du critère de sélection des orientations. On pourrait envisager de changer les conditions de soudage et d'évaluer le rôle de la vitesse de soudage (en adaptant la puissance d'entrée pour fondre le même volume de matière) sur ce critère. La modification des alliages utilisés pourrait fournir des éléments pour identifier les phénomènes physiques à l'origine de la valeur de l'angle de désorientation entre $<100>$ et le gradient thermique. On peut citer la surfusion ou l'anisotropie de tension de surface.

Enfin, on a vu que le modèle CAFE_WELD doit être amélioré pour reproduire au mieux les propriétés des microstructures de soudage. Une amélioration consisterait à introduire le critère de sélection des orientations dans CAFE_WELD. Pour ne pas augmenter considérablement le temps de calcul, il s'agirait de définir une loi de « sélection-croissance » des grains à l'interface en fonction de leur surfusion. Il pourrait ainsi être facilement introduit dans le modèle CAFE_WELD.

Pour finir, il faudra se confronter à la prédiction des structures de solidification dans le cas de soudures industrielles, c'est-à-dire composées de plusieurs couches et de plusieurs dizaines de passes. Il est évident que des calculs de type CAFE ne peuvent être menés sur des soudures de telles dimensions. Il faut et il suffit de réaliser ces calculs jusqu'à ce que la sélection des grains soit terminée. Après cela, il n'est plus nécessaire de décrire l'établissement de la structure à l'échelle de la dendrite. Un modèle macroscopique de type MINA est envisageable pour prendre le relais du calcul de solidification. La difficulté est de savoir à quel moment la texture est établie. Le fait d'enchaîner les passes pour compléter un chanfrein large influe sur l'établissement de la texture, ce qui a déjà été mis en évidence avec la maquette étagée dans le cas simple où toutes les passes sont empilées les unes par rapport aux autres. Qu'en est-il lorsque le chanfrein est large et que toutes les passes sont décalées les unes par rapport aux autres ?

Le projet MUSICAS a permis d'améliorer les outils de modélisation du comportement thermomécanique du bain fondu. Cet aspect intervient en amont de la formation des structures de solidification pour lesquelles ce travail a permis d'élaborer des méthodes de caractérisation et de modélisation. Le projet a ouvert la voie sur le développement de méthodes d'intégration de l'élément particulier qu'est la soudure dans les CND et dans les analyses de la fatigue. Pour conclure, les ingénieurs/chercheurs en charge de développer les logiciels de simulations numériques ne peuvent seulement être, comme on l'entend péjorativement, des numériciens. Ils doivent avoir une connaissance fine des phénomènes physiques mis en jeu par le procédé modélisé afin de valider et/ou d'améliorer les modèles, car, même si il s'agit d'expériences numériques, il n'en reste pas moins que le résultat est un cordon de soudure. Il convient donc de le caractériser avec le même regard qu'une soudure vraie

ANNEXES

A. Routine de traitement d'images en EBSD

À l'heure actuelle, il n'existe pas de méthode de traitement d'images spécifique à la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) pour déterminer la taille du groupe de pixels devant être supprimé avant l'analyse des données (taille des grains, phase, texture...). Ce travail propose une méthode inspirée des méthodes de caractérisation des poudres. La loi de probabilité utilisée permet de mettre en évidence deux populations de grains dont l'une pourrait être la population des grains parasites. La taille de ces groupes de pixels parasites est déterminée en fonction du pas d'analyse des cartes EBSD. Dans la suite, les groupes de pixels parasites sont nommés « clusters ».

1) Introduction

L'EBSD est une technique de caractérisation des matériaux puissante [A-1]. Elle est largement employée pour caractériser les microstructures [A-2], [A-3], les joints de grain [A-4], les fractions de phases [A-5], la recristallisation [A-6], les micro [A-7] et macrotextures [A-8], [A-9], les déformations [A-10] et la solidification [A-11], [A-12].

Le principal défi, après la préparation d'échantillon [A-13], est le traitement d'images pour supprimer le bruit sur la carte. Ce bruit est généré par plusieurs facteurs [A-14]. Une indexation incorrecte peut se produire lorsque les paramètres d'acquisition sont mal choisis (pas d'analyse [A-15], nombre de bandes [A-16]) ou à des pseudo-symétries dans les clichés de diffraction [A-17]. Les “zéro solutions” (indexation impossible) sont rencontrées généralement aux joints de grains. Ceci est causé par le fait que les clichés de diffraction des deux grains voisins sont superposés. Elles peuvent être aussi imputées à la présence d'une phase inconnue dont le fichier de calibration n'existe pas (ou lorsque cette phase n'est pas déclarée lors de l'analyse). Le dernier facteur pouvant expliquer la présence de « zéro solutions » est la qualité du polissage. L'interaction entre le faisceau incident et la matière est de quelques nanomètres de profondeur (10 nm pour le nickel pur avec une tension de 40 kV [A-18]). Donc, si la surface est contaminée localement ou si le polissage est insuffisant, la non indexation de certaines régions de l'échantillon peut être observée.

Après l'acquisition des données, une routine de traitement d'images est utilisée pour réduire le bruit. La méthode utilisée permet à l'utilisateur d'indexer les « zéro solutions ». Cette correction est basée sur l'indexation des pixels voisins. Les méthodes standard de nettoyage des cartes utilisent l'indexation de 6 ou 5 pixels voisins pour dilater les données [A-19], [A-20]. L'étape parente à la correction des « zéro solutions » est la détermination de la taille des clusters, c'est-à-dire les données relatives aux erreurs d'indexation. Cette étape doit être réalisée précautionneusement pour ne pas affecter les données de la microstructure [A-1], [A-14].

Les paramètres d'acquisition en EBSD sont relativement bien connus. La taille du pas d'analyse doit être inférieure à 20% de la taille moyenne de la microstructure [A-15] et le nombre de bandes est fonction de la structure cristalline des phases à analyser. Par exemple, le nombre minimum de bandes à utiliser pour les matériaux cubiques est de cinq [A-16]. Les paramètres du MEB (grossissement, tension, taille de spot) et les paramètres du logiciel d'acquisition des données EBSD (gain de la caméra, binning, nombre de passes, temps d'intégration) doivent être optimisés par l'utilisateur. Toutefois, il n'y a pas de méthode rigoureuse pour déterminer la taille des clusters à supprimer.

Une norme ISO [A-21] citée dans quelques travaux [A-22] donne quelques directions pour établir la procédure de nettoyage. D'abord, les pixels isolés (nommés "Wild Spike", WS) doivent être supprimés. Deuxièmement, les clusters sont supprimés. Pour finir, les données sont dilatées. A la fin de la procédure, l'utilisateur doit vérifier que tous les pixels considérés comme du bruit ont bien été supprimés pour pouvoir procéder aux analyses. La taille de ces clusters varie entre 1 et 5 fois la surface d'un pixel, c'est-à-dire le pas d'analyse. On retrouve cet ordre de grandeur dans d'autres publications [A-14], [A-19]. Cependant, il est difficile de savoir où couper.

Le but de cette annexe est de proposer une méthode de traitement statistique permettant de définir la taille des clusters.

2) Expérimentations

2.1) Structures investiguées et méthodes d'analyse

2.1.1) Matériaux et préparation des échantillons

L'EBSD est mené sur les structures de solidification issues des expériences de refusion sur substrat plat avec métal d'apport. La plaque est en alliage base nickel A600 [A-23] et le métal d'apport est l'alliage FM52 [A-24]. Les compositions chimiques de ces deux alliages austénitiques sont rappelées dans le Tableau A-1.

Tableau A-1 : Composition de l'alliage FM52 [A-24] et de l'alliage A600 [A-23] en pourcentage massique

	Ni	Cr	Fe	C	S	Mn	Si	Cu
FM52	≈ 60	28 -31.5	7 -11	0.05 max	0.015 max	1 max	0.5 max	0.5 max
A600	72 min	14 -17	6 -10	0.15 max	0.015 max	1 max	0.5 max	0.5 max

L'épaisseur de l'échantillon est de 2-3 mm. Après découpe, les échantillons sont polis sur les deux faces à l'aide d'un AccustStop T de chez Struers. La face arrière de l'échantillon est polie jusqu'au tapis SiC de granulométrie 1200 tandis que la face avant (pour l'analyse EBSD) est polie jusqu'à 0,25 microns en utilisant une solution d'oxyde en suspension (base silice OPS de chez Struers). Tous les polissages sont manuels.

2.1.2) Soudage

La particularité du soudage est de présenter différentes microstructures : la zone fondue (ZF), la zone affectée thermiquement (ZAT) et le métal de base (MB). Ces régions sont présentées en Figure A-1.

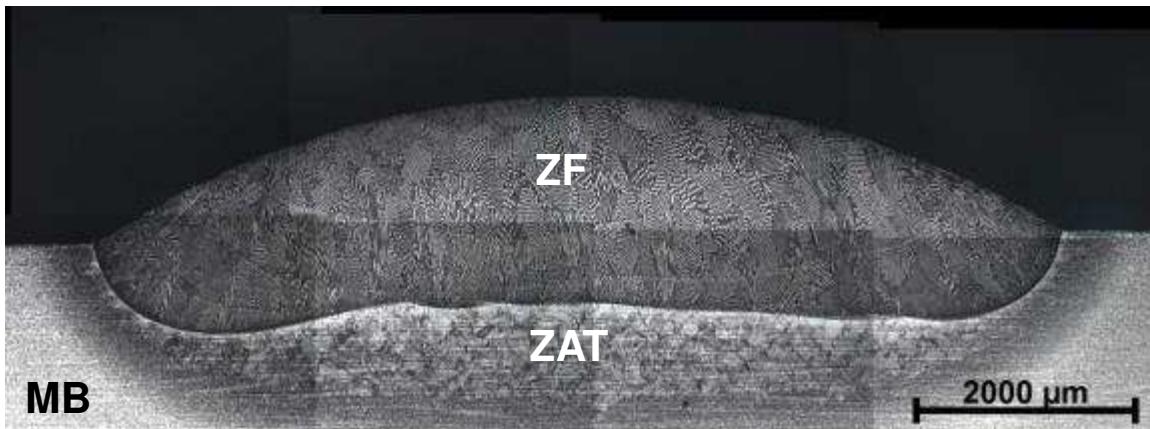


Figure A-1 : Section transverse du joint soudé observée au microscope optique après attaque électrolytique

La Figure A-1 montre une grande différence entre les trois régions en termes de taille de grains. Le métal de base présente des grains très petits par rapport à la zone affectée thermiquement où le grossissement des grains est clairement visible. Il en est de même pour la zone fondu. Il est intéressant de connaître la taille des clusters pour chacune de ces microstructures.

2.1.3) Paramètres EBSD

Les analyses de diffraction des électrons rétrodiffusés sont réalisées par l'intermédiaire d'un microscope électronique à balayage QUANTA 650 FEG équipé d'un détecteur EBSD NordlysF+. Les données sont collectées avec le logiciel HKL FastAcquisition développé par Oxford. Les données sont traitées avec le logiciel HKL channel 5. Les paramètres d'acquisition sont listés dans le Tableau A-2.

Tableau A-2 : Paramètres d'acquisition du logiciel EBSD

Paramètres MEB	
Grossissement	100
Tension	25 kV
Taille de spot	5
Logiciel FastAcquisition	
Binning	4x4
Gain	2
Nombre de passes	1
Temps d'intégration en ms	0,07
Nombre de bandes détectées	12
Résolution de Hough	70
Nombre de passes de collection du bruit de fond	211
Nombre de réflexions	60
Correction du bruit de fond	Smoothed
Pas d'analyse (μm)	MB ZAT + FZ
	1 5

Beaucoup de ces paramètres sont déterminés avec le manuel du logiciel Fast Acquisition [A-25]. Les autres sont adaptés expérimentalement comme la taille de spot ou la tension d'accélération.

2.2) Mise au point de la méthode de traitement d'images

2.2.1) Séquence de nettoyage des cartes

La séquence suivante est définie en accord avec la norme relative au traitement de données issues de caractérisations microscopiques [A-21]. Les étapes s'enchainent comme suit :

- suppression des pixels isolés (WS)
- suppression des clusters
- dilatation des données en utilisant 5 pixels voisins
- vérification que tous les pixels concernés ont bien été supprimés

2.2.2) Méthode de traitement statistique

Pour étudier l'influence du choix de la taille des clusters sur les données, plusieurs tailles sont considérées. Le premier niveau de nettoyage est la suppression des pixels isolés sans supprimer d'autres grains. Ensuite, la taille des groupes pixels considérés comme du bruit est choisie suivant l'équation (A-1).

$$\text{taille des clusters} = i * p^2 \text{ où } i \in \mathbb{N}^* \quad (\text{A-1})$$

Ici, p correspond au pas de l'analyse EBSD. Le seuillage s'effectue donc sur la surface des grains. L'évolution d'une donnée microstructurale doit être suivie pour quantifier le rôle de la taille des groupes de pixels sur cette dernière. Dans ce travail, le nombre de grains est sélectionné. Il convient maintenant de choisir une loi de distribution statistique pour décrire les données.

Dans le cas du nombre de grains, le choix de la taille du groupe de pixels agit comme un tamis. En choisissant une taille de pixel M , il restera sur la carte les grains ayant une taille supérieure à M . En normalisant le nombre de grains calculé à chaque étape de nettoyage de la carte par le plus grand nombre de grains mesuré sur cette même carte (c'est-à-dire l'étape où les pixels isolés sont simplement supprimés, correspondant au cas $i = 0$ dans l'équation (A-1)), une distribution de la fraction cumulée du nombre de grains est obtenue en fonction de la taille des clusters. Cette méthode de classification est très proche des méthodes utilisées couramment pour caractériser la distribution en taille de grains des poudres [A-26], [A-27]. C'est pourquoi la même loi statistique sera utilisée dans la suite pour étudier le nombre de grains des cartes EBSD. Il s'agit de la distribution de Rosin-Ramler présentée en équation (A-2).

$$f(x) = \exp\left(-\left(\frac{x}{X}\right)^n\right) \quad (\text{A-2})$$

Les termes de l'équation (A-2) sont les suivants :

- X est la taille caractéristique de la distribution correspondant à une fraction cumulée de 63,211 %
- n est le coefficient d'uniformité de la distribution. Une forte valeur de n signifie que la distribution est uniforme
- $f(x)$ est la fraction cumulée (ici du nombre de grains) pour les différentes valeurs de classes x (ici la taille des clusters)

3) Résultats et discussions

3.1) Structure soudée

Les structures analysées dans ce travail sont présentées en Figure A-2. Les joints de grains spéciaux tels que les joints de macles ne sont pas considérés comme des joints de grains (ligne rouge Figure A-2 a et b).

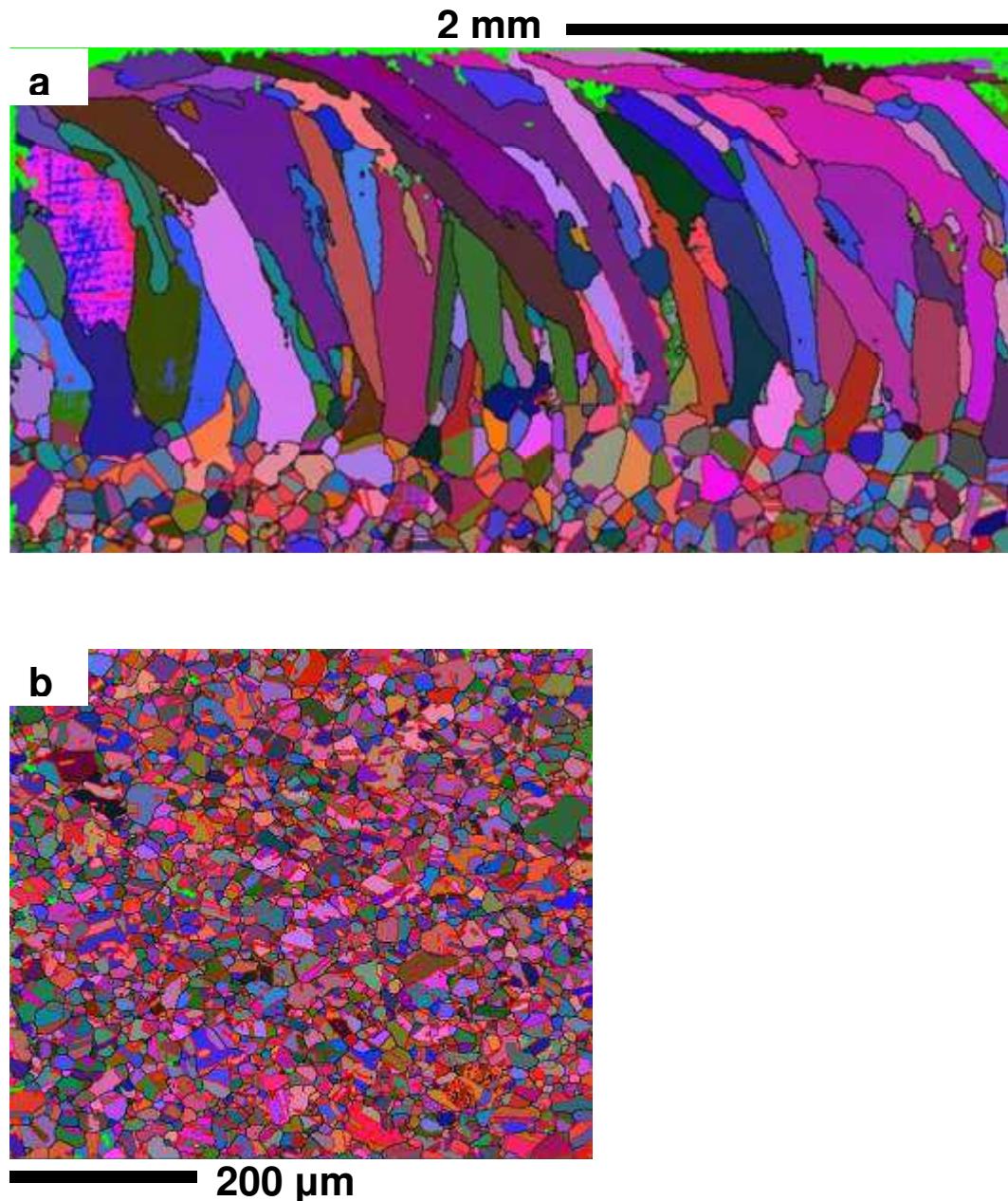


Figure A-2 : Carte en pseudo-contraste d'orientation sur la région ZAT + ZF (a) et sur le MB (b)

Les caractéristiques des cartes avant traitement sont données dans le Tableau A-3. Pour que le post-traitement des cartes EBSD soit valide, le pourcentage d'indexation doit être suffisant. Shrestha et al [A-3] utilisent les données de l'EBSD si le pourcentage d'indexation est supérieur à une valeur critique de 83%. Toutefois, il est plus que probable que ce seuil dépend de la taille moyenne des

grains analysés, du pas d'analyse et de la surface investiguée. Les pourcentages d'indexation présentés dans le Tableau A-3 semblent donc suffisants pour effectuer les post-traitements.

Tableau A-3 : Caractéristiques des cartes brutes (avant traitement)

Dimension des cartes en microns	
ZF	4680 x 2785
ZAT	4680 x 655
MB	636 x 557
Indexation en %	
ZF	91,13
ZAT	92
MB	82,5

3.2) Traitements statistiques des différentes cartes

Les différentes fractions de nombre de grains suivant la définition de l'équation (A-2) pour les régions ZF, ZAT et MB sont données en Figure A-3. Pour une meilleure visualisation, la quantité $\ln[-\ln(f(x))]$ est tracée en fonction de $\ln[\text{surface des clusters}]$.

Comme on peut le constater, toutes les courbes de la Figure A-3 présentent une légère singularité semblant indiquer la présence de deux distributions. Les droites d'extrapolation des distributions présentes de part et d'autre de la singularité sont tracées sur la Figure A-3.

Il est supposé que l'intersection de ces deux droites donne la taille des clusters à supprimer. Le Tableau A-4 résume les différentes tailles de pixels considérées comme étant du bruit pour les deux cartes EBSD présentées en Figure A-2.

Tableau A-4: Taille des clusters à supprimer pour les régions ZF, ZAT et MB

	Nombre de pixels définissant la taille des clusters	Surface des clusters en μm^2
ZF	3	75
ZAT	2	50
MB	3	3

On constate que la taille des clusters est bien comprise entre 1 et 5 pixels, correspondant ainsi à ce qui est utilisé couramment en post-traitement EBSD.

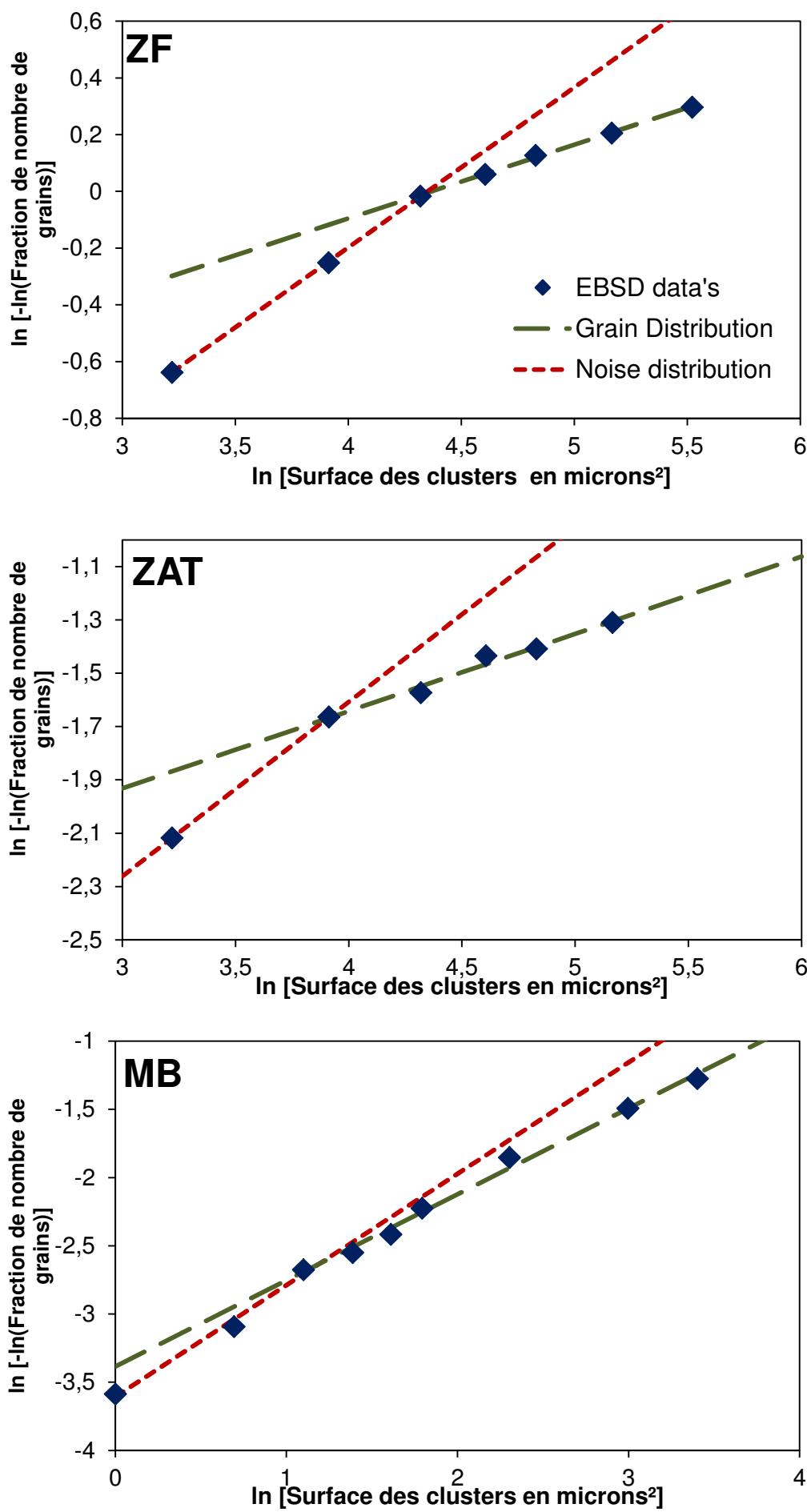


Figure A-3 : Fractions de nombre de grains définies par la distribution de Rosin-Rammler : ZF, ZAT et MB

3.3) Comparaison avec d'autres méthodes

La bibliographie ne s'intéresse pas au nombre de grains sur une carte EBSD. La préoccupation des auteurs est principalement d'évaluer la taille moyenne des grains analysés. Le Tableau A-5 donne les différents résultats des tailles moyennes des grains situés dans les trois régions de l'échantillon de soudage. Ces tailles sont évaluées par EBSD par la méthode du diamètre de cercle équivalent et par la méthode des intercepts sur des micrographies optiques. Les intercepts ont été tracés verticalement et horizontalement pour les trois régions. Pour les structures ayant des morphologies équiaxes (MB et ZAT), aucune précaution particulière n'est à prendre. En revanche, l'analyse des structures allongées présentes dans la ZF (Figure A-2a) pose question car la taille des grains mesurée par les intercepts verticaux sera plus grande que celle évaluée par les intercepts horizontaux. C'est pourquoi la distance totale des intercepts horizontaux doit être égale à la distance totale des intercepts verticaux.

Tableau A-5 : Comparaison entre les tailles moyennes des grains évaluées par EBSD après suppression du bruit et tailles moyennes données par la méthode des intercepts sur les micrographies optiques

	Taille moyenne D mesurée par EBSD + réduction du bruit en µm	Taille moyenne D' mesurée par la méthode des intercepts sur les micrographies optiques en µm	D/D' x 100
ZF	160,64	171	6,06 %
ZAT	97,76	101,63	3,07 %
MB	21,23	22,27	4,67 %

Comme attendu, la méthode des intercepts surestime légèrement la taille moyenne des grains par rapport à l'EBSD ([A-19] et [A-28]). Le Tableau A-5 montre des écarts très similaires à ceux mis en avant dans les travaux [A-19] et [A-28]. La méthode développée ici n'affecte donc pas cette caractéristique microstructurale. On notera que le pas utilisé pour la réalisation des cartes EBSD est très inférieur à 20% de la taille moyenne des grains analysés. Dans les conditions de ce travail, le pas d'analyse représente respectivement 3,1%, 5,1% et 4,7% pour les régions ZF, ZAT et MB.

3.4) Pas d'analyse et microstructure

Ce paragraphe étudie l'influence de la taille du pas d'analyse et de la taille des clusters sur la taille moyenne des grains évaluée par EBSD. La microstructure faisant l'objet de l'étude est présentée en Figure A-4.

Cette carte est acquise avec trois pas d'analyse différents : 1, 2 et 3 microns. Pour chacune des acquisitions, le pourcentage d'indexation des cartes est de 80%. Une fois collectées, les fractions de nombre de grains sont analysées avec la distribution de Rosin-Ramler. Les résultats sont donnés en Figure A-5.

Comme on peut le voir sur la Figure A-5, la précision du comptage des grains diminue avec l'augmentation du pas d'analyse. Les courbes pour les pas de 2 et 3 microns sont confondues, alors que la courbe avec le pas de 1 µm a une meilleure description des populations de grains ayant une petite taille, ce qui semble indiquer qu'il existe, pour microstructure donnée, un pas d'analyse critique à respecter pour collecter au mieux les données d'EBSD.

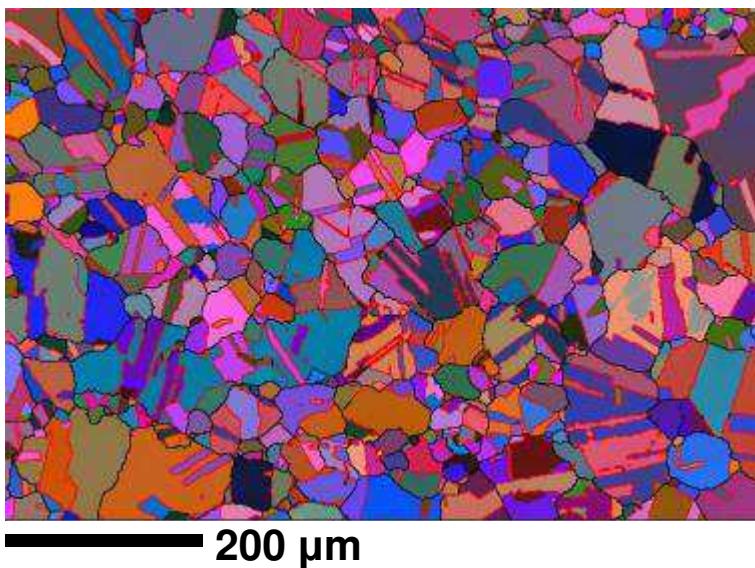


Figure A-4 : Carte EBSD en contraste d'orientations de la région du métal de base de la maquette étagée analysée avec plusieurs pas d'analyse, ici, le pas est de 1 micron

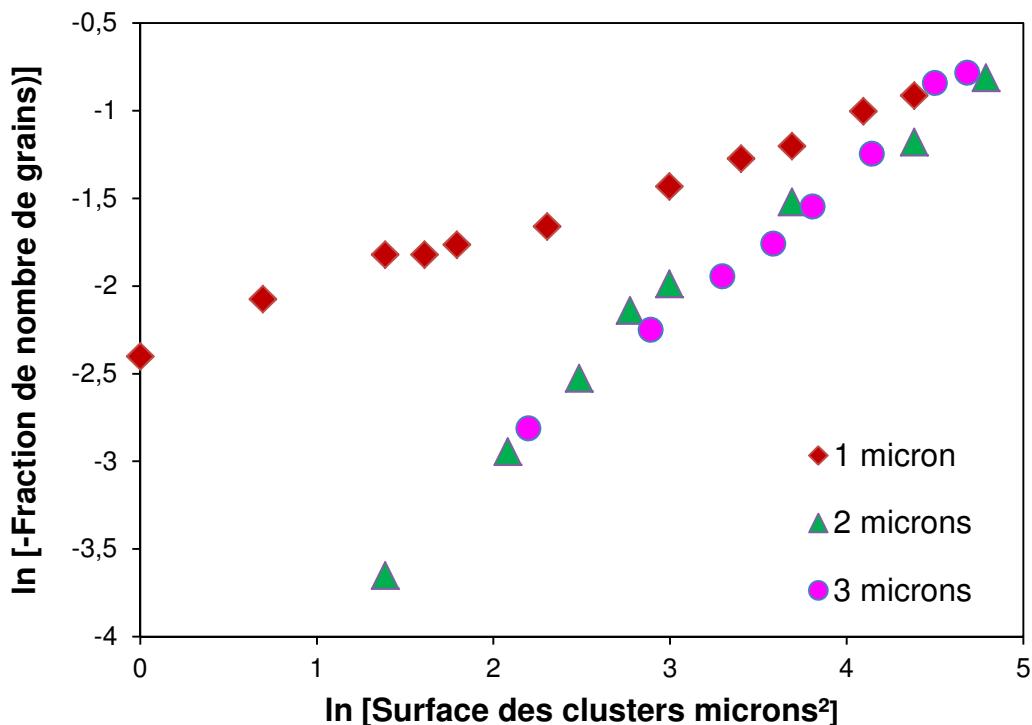


Figure A-5 : Fraction de nombre de grains définie par la distribution de Rosin-Rammler pour la microstructure présentée en Figure A-4 pour trois pas d'analyse différents : 1, 2 et 3 microns

Le Tableau A-6 montre l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction de la taille des clusters pour trois pas d'analyse. Comme attendu, la qualité de l'information relative aux petits grains se dégrade avec l'augmentation du pas d'analyse. Plus le pas est grand, plus la taille de grains augmente pour un niveau de correction donnée. Si les écarts ne sont pas très significatifs entre les pas d'analyse de 1 et 2 μm , la différence avec la série de tailles moyennes pour un pas de 3 μm est de plusieurs microns.

Avec la méthode de traitement du bruit décrite ici, la taille moyenne de la structure analysée en Figure A-4 est de 32,2 microns. Le pas de 2 microns représente donc 6,2% de la taille moyenne. On

pourrait conclure que le pas d'analyse de l'EBSD doit être d'environ 5% de la taille moyenne des grains analysés.

Tableau A-6 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction du pas d'analyse et de la taille des groupes de pixels considérés comme étant du bruit.

Taille des clusters \ Pas d'analyse	0 (WS)	1	2	3	4	5
1 µm	29,87	31,57	32,21	32,21	33,10	33,15
2 µm	31,25	31,59	32,72	33,35	33,80	34,53
3 µm	33,57	35,41	36,79	37,98	38,83	40,07

4) Conclusion

La méthode présentée ici permet d'avoir une méthode systématique de traitement de données des cartes EBSD. Même si le seuillage est sujet à discussion, cette méthode permet de définir la taille des groupes des clusters à supprimer sans placer un seuil de façon totalement arbitraire.

Il apparaît que la taille de ces clusters (en pixels) est dépendante de la taille moyenne des grains analysés. Vu le mode de fonctionnement de HKL Channel 5, ce type de méthode de traitement est ingérable pour les matériaux présentant des populations de grains de différentes tailles, comme c'est le cas dans les structures soudées. Pour le nettoyage des cartes, la taille du cluster choisie est égale à celle déterminée pour la zone fondue. L'erreur générée dans la ZAT est alors négligeable sur la densité de grains. En revanche, ce n'est pas le cas pour le métal de base, c'est pourquoi il est analysé à part.

Avec cette étude, on peut conclure que le pas d'analyse doit être inférieur ou égal à 5 % de la taille moyenne de la microstructure analysée. Si cette condition est respectée, la taille des clusters est de 3 pixels.

Références

- [A-1] A.J. Schwartz, M. Kumar, B.L. Adams, D.P. Field, Editors, Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, Second edition, Springer, 2009
- [A-2] Y.S. Lim, H.P. Kim, H.D. Cho, H.H. Lee, Microscopic examination of an Alloy 600/182 weld, Materials Characterization 60, 2009, 1496 – 1506
- [A-3] S.L. Shrestha, A.J. Breen, P. Trimby, G. Proust, S.P. Ringer, J.M. Cairney, An automated method of quantifying ferrite microstructures using electron backscatter diffraction (EBSD) data, Ultramicroscopy 137, 2014, 40 – 47
- [A-4] Z. Lu, J. Chen, T. Shoji, Y. Takeda, S. Yamazaki, Characterization of microstructure, local deformation and microchemistry in alloy 690 heat-affected zone and stress corrosion cracking in high temperature water, Journal of Nuclear Materials 465, 2015, 471-481
- [A-5] K. Davut, S. Zaefferer, Statistical Reliability of Phase Fraction Determination Based on Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Investigations on the Example of an Al-TRIP Steel, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 41A, 2010, 2187 – 2197
- [A-6] H. Jazaeri, F.J. Humphreys, Quantifying recrystallization by electron backscatter diffraction, Journal of Microscopy, Volume 213, 2004, 241 – 246
- [A-7] M. Salib, J. Teixeira, L. Germain, E. Lamielle, N. Gey, E. Aeby-Gautier, Influence of transformation temperature on microtexture formation associated with α precipitation at β grain boundaries in a β metastable titanium alloy, Acta Materialia 61, 2013, 3758 – 3768
- [A-8] L. Thijs, K. Kempen, J-P. Kruth, J. Van Humbeeck, Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder, Acta Materialia 61, 2013, 1809 – 1819
- [A-9] S.R Claves, W.J. Mills, Influence of Crystallographic Texture on Young's Modulus of Various Alloy 82H Welds, Microscopy and Microanalysis, 17, 2001, 341-349
- [A-10] L.H. Friedman, M.D. Vaudin, S.J. Stranick, G. Stan, Y.B. Gerbig, W. Osborn, R.F. Cook, Assessing strain mapping by electron backscatter diffraction and confocal Raman spectroscopy using wedge-indented Si, Ultramicroscopy 163, 2016, 75 – 86
- [A-11] E. Boehm-Courjault, F. Gonzales, A. Jacot, F. Kohler, A. Mariaux, C. Niederberger, M.A Salgado-Ordonica, M. Rappaz, EBSD: a powerful microstructure analysis technique in the field of solidification, Journal of Microscopy, Volume 233, 2009, 160 – 169
- [A-12] S. Mokadem, C. Bezençon, A. Hauert, A. Jacot, W. Kurz, Laser Repair of Superalloy Single Crystals with Varying Substrate Orientations, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 38A, 2007, 1500 – 1510
- [A-13] L. Koll, P. Tsipouridis, E.A. Werner, Preparation of metallic samples for electron backscatter diffraction and its influence on measured misorientation, Journal of Microscopy, Volume 243, 2001, 206 – 219
- [A-14] V. Randle, Electron backscatter diffraction: Strategies for reliable data acquisition and processing, Materials Characterization 60, 2009, 913 – 922
- [A-15] F.J. Humphreys, Review. Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction, Journal of Materials Science 36, 2001, 3833 – 3854
- [A-16] T. Karthikeyan, M.K. Dash, S. Saroja, M. Vijayalakshmi, Evaluation of misindexing of EBSD patterns in a ferritic steel, Journal of Microscopy, Volume 249, 2013, 26 – 35
- [A-17] HKL, Chanel 5, Oxford Instrument, June 2007
- [A-18] V. Randle, Introduction to texture analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping, CRC Press LLC, 2000
- [A-19] K.P. Mingard, B. Roebuck, E.G. Bennett, M. Thomas, B.P. Wynne, E.J. Palmiere, Grain size measurement by EBSD in complex hot deformed metal alloy microstructures, Journal of Microscopy, Volume 227, 2007, 298 – 308

- [A-20] S.I. Wright, M.M. Nowell, S.P. Linemann, P.P. Camus, M. De Graef, M.A. Jackson, Introduction and comparison of new EBSD post-processing methodologies, Ultramicroscopy 159, 2015, 81 – 94
- [A-21] NF ISO 13067, AFNOR standard (France), January 2012
- [A-22] X. Iltis, N. Gey, C. Cagna, A. Hazotte, Ph. Sornay, Microstructural evolution of uranium dioxide following compression creep tests: An EBSD and image analysis study, Journal of Nuclear Materials 456, 2015, 426 – 435
- [A-23] Inconel 600, Special Metals, www.specialmetals.com
- [A-24] INCONEL Filler Metal 52, Special Metals, www.specialmetalswelding.com
- [A-25] NordlysF and Fast Acquisition, Oxford Instruments, February 2010
- [A-26] A. Otsuki, G. Dodbiba, T. Fujita, Measurements of size distribution of titanium dioxide fine particles in a highly concentrated non-aqueous suspension by using particle self-assembly under an electric field, Advanced Powder Technology 23, 2012, 517 – 522
- [A-27] Y. Sun, Y. Han, P. Gao, Y. Mu, Particle Size Measurement of Metallic Iron in Reduced Materials Based on Optical Image Analysis, Chemical Engineering Technology, Volume 37, 2014, 2030 – 2036
- [A-28] K.P. Mingard, B. Roebuck, E.G. Bennett, M.G. Gee, H. Nordenstrom, G. Sweetman, P. Chan, Comparison of EBSD and conventional methods of grain size measurement of hardmetals, Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials 27, 2009, 213 – 223

B. Macro thermocalc

1) Solidification à l'équilibre pour l'alliage FM52

```

goto database
switch
TTNI8
def-sys
Ni Cr Fe Ti Al Si Mn C
rej p *
rest p FCC_A1 liquid
get
goto poly
s-c b=1 p=1e5 t=2073
s-c w(Cr)=29.98e-2 w(fe)=10.06e-2
s-c w(Mn)=0.29e-2 w(Al)=0.65e-2
s-c w(Ti)=0.52e-2 w(si)=0.13e-2
s-c w(C)=0.03e-2
l-c
l-e
SCREEN
VWCS
c-e
l-e
SCREEN
VWCS
s-a-v 1 t 1273 2073 0.5
advanced
break condition
advanced
break condition bp(liq)=0
advanced
break-condition
bp(liq)=0
step
NORMAL
po
ent fun fs=1-bp(liq);
ent tab nam
T-c fs w(fcc_a1,*) w(liq,*);
tabula nam FM52.txt
exit

```

2) Solidification selon Scheil pour l'alliage FM52

```

goto scheil
1
switch
TTNI8
ni
Y

```

cr

29.98

fe

10.06

mn

0.29

al

0.65

ti

0.52

si

0.13

c

0.03

2000

TTNI8

NONE

NONE

Y

N

0.4

Y

c

N

1

N

N

Y

BS

T

N

N

y

fst

Y

w(FCC_A1,*)

T

N

N

y

elmt

Y

w(liquid,*)

T

N

N

y

elqli

n

exit

C. Calculs CAFE_WELD et plate-forme OVH Oxalya

Etape 1

Pour que le calcul CAFE_WELD puisse s'effectuer, le fichier POST8000 du calcul de thermique généré par SYSWELD version 2013 doit être converti en fichier .erf5 par Visual Environment version 9.0. Le post traitement CAFE du calcul de thermique est géré par les fichiers mica.d et weldingParam.d. Le Tableau C-1 décrit les différentes lignes de ces deux fichiers.

Tableau C-1 : Description des fichiers de mise en données mica.d et weldingParam.d

Fichier mica.d	
Numéro de la ligne	Description
51	Taille de cellule en mètres.
52	Dimension des blocs de cellules (les blocs sont des cubes de 10 cellules de côté).
53	Nombre de domaines dans lequel le calcul CAFE est effectué. La valeur est 1 dans ce travail.
54	Définition de la taille et la position de la boîte CAFE.
55	Cette ligne est active uniquement si l'on effectue des calculs CAFE dans deux boîtes distinctes. Elle n'a pas d'utilité ici. La valeur est 0,0001.
56	el/block tab recalc prend la valeur 1 de façon à pouvoir recalculer les blocs de cellules si l'on change un des paramètres des lignes 51 à 55 d'un calcul à un autre. Result files protection prend la valeur 0 pour pouvoir écraser les fichiers de résultats présents dans le répertoire et les remplacer par les résultats du nouveau calcul.
57	Nombre de classes d'orientation, 5000.
58	Nombre de germes pour la germination équiaxe. Etant donné qu'il n'y a pas de TCE dans les expériences de soudage, le nombre de germes est pris égal à 1 car les calculs ne peuvent s'effectuer avec la valeur 0.
59	Loi de surfusion. Les paramètres a2 et a3 sont définis tels que $v = a2 * \Delta T^2 + a3 * \Delta T^3$.
60	Coefficient de germination des germes équiaxes en fonction de la surfusion. Dans le cas des expériences de soudage de ce travail, ces valeurs n'ont pas d'intérêt étant donné qu'un seul germe est présent dans le liquide. Les valeurs employées dans les calculs sont 1, 1, 1.
66	Température de liquidus (°C).
67	Algorithme de référencement des cellules. Dans le cas de CAFE_WELD, la valeur 0 doit être utilisée.
68	Définition du niveau d'information donné par le terminal durant le calcul. La valeur 1 est choisie.
69	Paramètre d'automatisation du micro pas de temps.

	<p>Le paramètre iauto prend la valeur 1 dans les calculs CAFE_WELD. Dans ce cas, le micro pas temps δt n'est pas fixé par l'utilisateur. Il est ajusté par le programme en vérifiant l'équation $\delta t * v_{max} = dtfac * L$ avec v_{max} la vitesse de croissance maximale, L la taille des cellules.</p> <p>Le paramètre dtfac correspond à un coefficient de sécurité compris entre 0 et 1 visant à vérifier qu'un grain ne capture pas plus d'une cellule par micro-pas de temps dans une direction donnée. Dans les calculs, dtfac est fixé à 0.8.</p>
70	Définition du mode de couplage, 0 pour un post traitement et 1 pour un couplage fort. Dans ce travail, la valeur est donc 0.
72	Contenu global du fichier de résultat. t_flag définit si le temps est stocké dans les fichiers de résultat (0 pour non et 1 pour oui) u_flag définit si la surfusion est stockée (0 pour non et 1 pour oui).
79	Stockage des résultats. La valeur 0 indique que les résultats sont stockés dans le répertoire où se trouvent les fichiers utilisés pour le calcul.
80	Paramètres de décomposition de la gaussienne utilisée pour la germination équiaxe. Les valeurs sont arbitrairement fixées à 5, 5, 0.1.
0	Marque la fin du programme : # end.

Fichier weldingParam.d

1	Définit si la refusion doit être prise en compte pendant le calcul. Il faut donc entrer la valeur 1.
2	Prise en compte du grossissement des grains à l'état solide. ESI recommande de ne pas activer cette option. La valeur est donc 0.
3	Rayon moyen des grains en mètre (distribution 3D)
4	Température de solidus en °C.
5	Choix de la grandeur stockée dans le fichier APM.erf5. (0 pour stocker les données relatives à l'orientation des grains et 1 pour stocker les évolutions de température). La valeur choisie est 0.
6	Fréquence de stockage des résultats du calcul CAFE. La fréquence de stockage est de 20. Attention : il faut que cette fréquence de stockage soit un multiple du nombre de macro-pas de temps exploités (ligne 7)
7	Nombre de macro-pas de temps du fichier erf5 exploités dans le calcul CAFE_WELD. On utilise 500 macro-pas de temps. Dans notre cas, la valeur est de 501, car le 1 ^{er} état a la valeur 0.
8 à n	Noms des fichiers d'enregistrement des données d'entrées thermiques du fichier erf5. Il y a une ligne par macro-pas de temps, soit 501 lignes supplémentaires, la 1 ^{ère} est state000000000000 et la dernière est state000000000500.

Etape 2

Il faut placer les deux fichiers de mise en données de CAFE-WELD nomfichier _mica.d et nomfichier _weldingParam.d et les deux fichiers « CAFE_2_EBSD_V2.dat » et « CAFE_2_EBSD_V2.cmd » dans le répertoire « exemple ».

Etape 3

Il faut ensuite placer, dans le même répertoire, les exécutables **cafe_weld.sh**, **exportCAFE_Weld.exe** et **exportCAFE_Weld_CuttingPlan.exe**. Il y a deux possibilités pour exécuter les calculs CAFE sur la plate-forme OVH Oxalya.

- Session de visualisation

Dans une session de visualisation, il faut ouvrir un terminal et se placer dans le répertoire « exemple ». Après cela, il faut entrer . / cafe_weld.sh nomfichier dans le terminal puis cliquer sur la touche entrée. Le calcul s'exécute.

- HPC drive

On peut aussi effectuer les calculs CAFE sur la machine virtuelle HPC drive (sans passer par une session de visualisation).

Dans l'onglet « Calculs », il faut sélectionner un nouveau calcul.

Dans la partie « Soumettre un nouveau calcul », il faut sélectionner l'application « Script job », choisir le nom du fichier tel qu'il apparaîtra dans l'ordonnanceur et sélectionner le répertoire de travail « exemple ».

Dans la partie « Script », il faut choisir le script cafe_weld.sh et dans la partie « arguments du script », il faut taper nomfichier.

Il ne reste plus qu'à sélectionner le nombre de coeurs alloués aux calculs. Il est conseillé de choisir un « temps limite maximum » illimité pour que le calcul arrive à son terme. Certains calculs peuvent être assez longs, c'est-à-dire plusieurs jours. Il n'est pas nécessaire de conditionner le démarrage. Le calcul s'exécutera après avoir cliqué sur le bouton « Soumettre ».

Le calcul apparaîtra dans l'ordonnanceur de l'onglet « Calculs ». En cliquant sur le nom du calcul, les détails du calcul sont donnés. En cliquant sur l'onglet « Sortie », on observe les calculs se dérouler dans le terminal.

Etape 4

Lorsque le calcul est terminé, un fichier nomfichierAPM.erf est généré. On a la possibilité d'exporter les données des cellules (orientation et position) une fois que la structure est totalement solidifiée. Deux possibilités existent :

- Exporter les données de toutes les cellules de la boîte CAFE en utilisant l'exécutable **exportCAFE_Weld.exe**
- Exporter les données relatives à un plan de coupe donné (uniquement des plans parallèles aux surfaces de la boîte, donc pas de coupe oblique) en utilisant l'exécutable **exportCAFE_Weld_CuttingPlan.exe**

Pour pouvoir réaliser des coupes 2D dans le volume du calcul CAFE, il faut exporter les données d'orientation et de position relatives à chaque cellule. Pour exporter ces données, il faut frapper `./ exportCAFE_Weld.exe nomdufichier` ou, dans le cas d'une coupe 2D, frapper `./ exportCAFE_Weld_CuttingPlan.exe nomdufichier -x x0` dans le terminal en étant placé dans le répertoire « exemple ». Dans cet exemple, on réalise une coupe à x constant tel que $x = x_0$. Cette opération génère les fichiers nomfichiercells.dat et nomfichiergrains.dat. Pour que le programme fonctionne, il faut choisir x_0 tel que cette dernière soit la coordonnée x d'un centre de gravité d'un grain (si ce n'est pas le cas, le fichier nomfichiercells.dat sera vide). Pour le vérifier, il faut se référer au fichier nomfichiergrains.dat.

ATTENTION : Pour exécuter cette commande, il faut impérativement passer par une session de visualisation.

Etape 5

Les fichiers nomfichiercells.dat et nomfichiergrains.dat sont traités dans SYSWELD 2013 pour réaliser 9 coupes 2D dans le volume CAFE (X_{\min} , X_{\max} et $X_{\text{médian}}$ et de même pour les coordonnées Y et Z).

Le dépouillement se fait uniquement à l'aide d'une session de visualisation sur une machine virtuelle de 5 coeurs. Dans le répertoire « exemple », il faut ouvrir **SYSWELD 2013** et charger le programme « CAFE_2_EBSD_V2.dat ». Il est préférable de lancer ce dépouillement sur 4 processeurs (la session de visualisation ne permet pas d'utiliser plus de ressources). Une fois le programme terminé, les fichiers résultats nomfichiercells_EBSD_XMIN, MED, MAX sont générés pour chaque coordonnée X, Y et Z. Les données peuvent être directement importées dans HKL channel 5 sous la forme de fichier txt.

D. Fabrication d'un sélecteur de grain : impression 3D et coulage par coagulation directe

Cette étude propose une alternative à la méthode des moules en cire perdue pour la fabrication des sélecteurs de grain. Un sélecteur de grain en spirale (queue de cochon) est réalisé en 3 étapes. D'abord, la spirale est fabriquée par impression 3D en utilisant un polymère naturel. Deuxièmement, la spirale est enrobée avec une suspension de poudre d'alumine en réalisant un coulage par coagulation direct (DCC). Après deux traitements thermiques (le premier pour éliminer le polymère et le second pour friter le corps vert), le sélecteur de grain est introduit dans une machine de solidification dirigée de type Bridgman pour procéder à la coulée de l'alliage base nickel A600 utilisé dans cette étude. La qualité du monocristal est vérifiée par EBSD.

1) Introduction

L'emploi des monocristaux dans l'industrie représente une avancée majeure dans l'amélioration des propriétés mécaniques à hautes températures et dans l'augmentation de la durée de vie des pièces de fonderie (Versnyder and Shank, 1970; Caron and Khan, 1999) surtout pour les superalliages de nickel. Ces produits de coulée sont sujets à de nombreuses études pour améliorer la résistance à la corrosion (Vilar et al., 2009) et pour augmenter la durée de vie des aubes de turbines par des méthodes de réparation par rechargement des fissures (Gäumann et al., 2001).

Deux procédés sont couramment utilisés pour réaliser de tels produits. Le premier utilise un germe de monocristal. Le grain suit une croissance épitaxiale pendant la solidification avant d'entrer dans le sélecteur (Yang et al, 2005b). Cette technique permet d'obtenir un grain dont la direction $<100>$ n'est pas parallèle à l'axe de la turbine, évitant ainsi des résonances critiques dans certaines conditions d'utilisation (Yang et al, 2005a). La seconde méthode utilise une technique de solidification dirigée sur plusieurs centimètres avant l'entrée dans le sélecteur de grain en spirale (Dai et al., 2011a; Gao et al., 2012; Meng et al 2012).

Le monocristal est obtenu par coulée dans un four de type Bridgman décrit par Dai et al., 2011a. Le moule en céramique est chauffé dans le four. Le liquide s'introduit dans le sélecteur de grain et se solidifie au contact d'une plaque de refroidissement. La solidification commence dans le bloc de départ. Après quelques centimètres de solidification dirigée, quelques grains colonnaires entrent dans le sélecteur. La sélection du grain dans la spirale s'effectue par un blocage géométrique de la croissance des grains. En sortie du sélecteur, un seul grain se développe dans le moule (Dai et al., 2011a). La solidification dirigée a lieu dans des conditions particulières (gradient thermique et vitesse de croissance) pour éviter la formation de grains parasites dans le monocristal (De Bussac and Gandin, 1997; Yang et al., 2005a).

Trois configurations de sélecteur de grain existent : l'embouchure, la chicane et la spirale (queue de cochon). Il a été montré que l'embouchure est la technique la moins efficace à cause de la longueur qui doit être utilisée pour obtenir la sélection du grain. Dans le cas de la chicane, il a été montré que la germination d'autres grains que celui sélectionné pouvait se produire lors des changements de direction abrupts (Yang et al., 2004; Meng et al., 2013). La meilleure technique est

le sélecteur en forme de spirale, et, de nos jours, cette technique est couramment utilisée dans l'industrie aéronautique (Dai et al., 2011a).

A l'heure actuelle, les recherches sur ce sujet se concentrent sur les moyens de contrôle de l'orientation finale du grain en fonction des paramètres de la spirale à travers des études expérimentales et numériques (Yang et al., 2005a , Dai et al., 2011 a, 2011b, Gao et al., 2012). Toutefois, la technique employée pour la fabrication des sélecteurs est toujours la technique de coulage à la cire perdue. Cette technique est décrite par Doriath and Nouailles (1994). D'abord, le moule reproduisant la pièce à couler (ici le sélecteur de grain) est fabriqué. Ce moule est généralement en alliage d'aluminium. Après cette étape, la cire est injectée dans un état pâteux sous pression dans le moule qui est refroidi pendant l'opération. La troisième étape consiste à appliquer successivement plusieurs couches de barbotine céramique (mélange d'alumine et de silice) pour obtenir une coque de plusieurs millimètres de diamètre (par exemple 5 mm pour Gao et al., 2012). La pièce en cire est plongée dans la barbotine et recouverte d'un sable réfractaire immédiatement après l'immersion. Ce corps vert est ensuite simplement séché à l'air. Cette opération est répétée autant de fois que nécessaire pour obtenir l'épaisseur de coque souhaitée. Ensuite, la cire est éliminée, soit par évaporation dans une étuve soit par fusion. Lorsque la cire est évacuée, le corps vert est fritté à haute température. Le sélecteur de grain est alors prêt à l'emploi.

L'usage de la cire perdue permet de créer avec précision les sélecteurs de grain mais nécessite un moule pour chaque géométrie de spirale. De plus, cette technique est rentable pour la fabrication en grande série, c'est-à-dire des séries d'au moins 100 sélecteurs de grain (Doriath and Nouailles, 1994). Cette étude propose une nouvelle méthode de fabrication des sélecteurs de grain. La spirale est réalisée par impression 3D, il n'y a donc plus besoin de fabriquer un moule d'injection pour une géométrie donnée. Pour chaque type de spirale, il suffit de modifier le design de la spirale avec les logiciels de conception assistée par ordinateur avant l'impression. La spirale est ensuite placée dans un moule non poreux en silicone dans lequel est coulée une barbotine céramique. Avant la coulée, il est préférable de potoyer le moule avec du vernis au nitrure de bore. L'évacuation du polymère et le frittage du corps vert donne un sélecteur de grain prêt à l'emploi.

Le travail qui suit décrit la procédure de fabrication de la suspension d'alumine, le coulage par coagulation direct, la méthode d'impression 3D (choix du polymère, paramètre géométrique de la spirale et paramètre d'impression), les traitements thermiques et l'expérience de solidification dirigée dans un four de type Bridgman. La qualité du monocristal est vérifiée par la technique de l'EBSD.

2) Procédure expérimentale

2.1) Suspension d'alumine

2.1.1) Description du procédé

Pour garantir le succès de l'expérience de solidification, le sélecteur de grain doit avoir des propriétés mécaniques suffisantes pour supporter le métal liquide et évoluer dans des températures élevées (1500°C). Ce matériau doit aussi être inerte chimiquement vis-à-vis du métal, c'est pourquoi l'alumine est choisie pour la confection de la suspension.

Il a été montré que des suspensions concentrées pouvaient être utilisées dans les procédés de mise en forme par la technique du coulage par coagulation directe (Penard et al., 2005). Le coulage par coagulation directe (DCC) est divisé en deux étapes. La suspension est réalisée avant d'être coulée dans un moule avec un coagulant. La barbotine est formée par ce mélange.

La fabrication de la suspension demande la mise en suspension d'une poudre d'alumine ultrafine dans de l'eau déminéralisée. Un dispersant est ajouté à l'eau pour adapter le pH de la suspension. Le dispersant est adsorbé à la surface des particules d'alumine. Ceci permet l'apparition de forces répulsives entre les particules et d'obtenir une suspension avec la plus faible consistance possible (Penard et al., 2005).

Le coagulant est préparé à part et est ensuite introduit dans la suspension. Le coagulant est composé d'un acide et d'un co-solvant différent de l'eau. Cet acide permet l'hydrolyse des molécules d'eau de la suspension. Le pH va diminuer de telle façon que les forces répulsives entre les particules d'alumine de la suspension deviennent nulles. La coagulation se produit, et après séchage, le corps vert est obtenu. Le co-solvant permet de retarder la prise et donc de garantir une meilleure homogénéité du mélange suspension coagulant.

2.1.2) DCC et paramètre de frittage

Dans ce travail, la poudre d'alumine utilisée est la poudre CR15 fabriquée par Baikowski SA (Annecy, France). Le Tiron (4,5-dihydroxy-1,3-benzene-disulfonic acid), commercialisé par Acros Organics (Geel, Belgique) est utilisé comme dispersant (Penard et al., 2005). Le coagulant est de l'acide acétique et le co-solvant est de l'éthylène glycol (Penard et al., 2006).

Théoriquement, il est possible d'obtenir des suspensions avec une très grande concentration volumique de poudre : 57,5% (Penard et al., 2006). Les compositions de la suspension et du coagulant sont fonction de la concentration en alumine visée dans la suspension. Pour calculer les compositions, les données relatives à la poudre utilisée sont nécessaires. Ces données sont résumées dans le Tableau D-1.

Tableau D-1 : Propriétés de la poudre (Penard et al., 2005), Paramètres pour la préparation de la suspension et du coagulant dans le cas de la poudre CR15 (Penard et al., 2005, 2006; Zhang, 2007)

Poudre d'alumine CR15	
Structure cristalline	α
Pureté (% Al₂O₃)	≈ 100
Taille des particules (μm)	$\approx 0,15$
Densité théorique de l'alumine	3,98
Suspension	
Dispersant	$1,3 \times 10^{-6} \text{ mol/m}^2$ de surface efficace de la poudre
Coagulant	
Pourcentage massique d'acide acétique	0,2% de la masse de poudre
Densité de la poudre	1,05
Co-solvant	50% en volume du mélange acide et co-solvant

Pour avoir une bonne défloction d'une suspension très concentrée (supérieure à 50%), la suspension doit subir une agitation à la sonotrode. Les paramètres d'agitation sont les suivants : 700W de puissance, des pulses de 1 seconde toutes les trois secondes pendant 2 minutes (Zhang, 2007)). Pendant ce temps, la poudre est introduite dans le liquide petit à petit.

Avant d'être coulée, la suspension est désaérée pour éliminer les bulles d'air présentes dans la suspension. Cette opération peut être conduite dans une chambre sous vide (pression de 50 mbar) pendant une dizaine de minutes. Le désavantage de cette méthode est de produire une croûte solide à la surface de la suspension. D'après Zhang (2007), la meilleure solution pour obtenir une bonne désaération est de réaliser la suspension à l'aide d'un mélangeur automatique ARE 250 Thinky et de placer la suspension dans la chambre sous vide. Après désaération, la suspension est placée sur une table rotative avec une vitesse de rotation faible (20 tours par minute) pour homogénéiser la suspension. Cette opération dure 12 heures. Une fois cette étape terminée, le DCC peut être opéré.

Les composants (la suspension et le coagulant) sont manuellement mélangés avec une spatule en verre et coulés dans un moule non poreux en silicium. Pendant le séchage, le but est d'éviter la formation de fissures et de porosités dans le corps vert. Ces défauts peuvent apparaître lorsque le séchage est trop rapide. En conséquence, le séchage doit s'opérer dans une chambre environnementale où la température et l'humidité sont contrôlées (Zhang, 2007). Après le séchage, le corps vert peut être fritté.

Plusieurs méthodes de frittage peuvent être envisagées. Dans un premier temps, le corps vert sec subit une compression isostatique à froid sous 2000 bars. Cette étape permet d'augmenter la densification du compact granulaire avant le frittage naturel. Après cela, la pièce est frittée naturellement dans un four dont la vitesse de montée est de 10°C/min jusqu'à 1600°C pendant 2 heures. La vitesse de refroidissement est de 5°C/min jusqu'à la température ambiante. Après le frittage, le matériau fritté présente des caractéristiques mécaniques exceptionnelles comme une dureté Knoop de 2000 avec 100% de densification pour une suspension concentrée à 57,5 % (Penard et al., 2006). Comparativement, Zhang (2007) obtient avec la même suspension une densification de 97,8 % avec un simple frittage naturel à 1600°C pendant 2 heures sans passer par la compression isostatique à froid.

Certains de ces équipements n'étant pas disponibles, la méthode de fabrication doit être adaptée en conséquence. Dans ce travail, la suspension est agitée manuellement. La poudre est introduite lentement dans le mélange eau + dispersant. Après que toute la poudre a été introduite, la suspension doit être agitée énergiquement pour obtenir la meilleure homogénéité possible. La suspension ainsi obtenue est placée dans une cloche sous vide pour désaérer la suspension. Il est recommandé d'utiliser un bêcher dont la capacité volumique est trois fois supérieure au volume de suspension confectionné pour éviter les projections de suspension dans l'enceinte sous vide (l'agitation manuelle provoque la création de nombreuses bulles d'air). La désaération dure environ 15 minutes.

Après la désaération, la suspension peut être coulée. D'après Penard et al., 2006, le mélange entre la suspension et le coagulant doit se faire à une température de 5°C, mais il a été constaté que le coulage était plus facile à température ambiante. La suspension et le coagulant sont introduits ENSEMBLE dans un moule en silicium de diamètre 25 mm. Après la coulée, il ne faut pas hésiter à exercer une pression importante sur le corps vert avec un pinceau pour éliminer les dernières poches

d'air présentes et combler l'espace vide avec de la suspension. Il est aussi vivement recommandé de déformer le moule à la main pour forcer le liquide à chasser les derniers espaces vides. Cette opération doit être effectuée quelques secondes après la coulée et répétée plusieurs fois avant que la coagulation ne soit effective. Enfin, il est IMPERATIF de respecter scrupuleusement le volume d'eau et la quantité de poudre prévus par la recette. S'il y a trop d'eau (donc pas assez de poudre), le compact granulaire se fissurera pendant le séchage. Ici le séchage à lieu à température et pression ambiantes. Après 10 heures de séchage, le corps vert peut être démoulé.

Des suspensions fortement concentrées (plus de 50%) ne peuvent pas être obtenues avec la méthode décrite ci-dessus. La concentration de la suspension doit être adaptée pour obtenir le corps vert le plus homogène possible et anticiper le retrait généré par le DCC et par le frittage de manière à pouvoir introduire le sélecteur dans la machine de solidification dirigée. La procédure de frittage doit également être revue car le procédé de compaction isostatique à froid ne peut être mis en place (il faut conserver la forme de la spirale). De plus, un traitement thermique d'évacuation du polymère doit aussi être prévu avant de passer à l'étape de frittage proprement dite.

2.1.3) Adaptation du procédé

Pour définir la meilleure recette de suspension possible, différentes concentrations de poudre d'alumines sont testées. L'objectif est d'optimiser les propriétés mécaniques de la pièce frittée. Dans cette étude, la microdureté Vickers sous 500g pendant 15s est mesurée en plus de la densification et du retrait. Pour cette partie de l'étude, des pastilles d'alumine sont coulées pour différentes concentrations. Le Tableau D-2 donne les recettes des quatre suspensions testées.

Tableau D-2 : Recettes mises en œuvre pour élaborer les différentes suspensions testées. Le volume final de chaque suspension ainsi créée est de 50 mL

SUSPENSION					COAGULANT			
Concentration de la suspension	Volume d'eau (mL)	Volume d'alumine (mL)	Masse d'alumine (g)	Masse de dispersant (g)	Masse d'acide (g)	Volume d'acide (mL)	Volume de glycol (mL)	Volume de coagulant (mL)
40%	30	20	79,6	0,305	0,159	0,152	0,152	0,304
35%	32,5	17,5	69,65	0,267	0,139	0,133	0,133	0,266
30%	35	15	59,7	0,229	0,119	0,114	0,114	0,228
20%	40	10	39,8	0,152	0,080	0,076	0,076	0,152

La densification est le rapport entre la densité du produit fritté et la densité théorique de l'alumine. Dans ce travail, la densité du produit fritté est évaluée par mesure directe, c'est à dire en mesurant les caractéristiques géométriques de la pastille (diamètre et hauteur) et en pesant l'échantillon. Le rapport masse/volume donne la densité du produit fritté. Les retraits au démoulage et au frittage sont calculés en utilisant l'équation (D-1).

$$\text{Retrait au moulage ou au frittage} = 1 - \frac{\text{Diamètre du corps vert ou du produit fritté}}{\text{Diamètre du moule ou du corps vert}} \quad (\text{D-1})$$

2.2) Design spirale

2.2.1) Paramètres de la spirale

Les différents paramètres géométriques de la spirale sont choisis en accord avec les travaux de Dai et al., 2011 a, 2011b et sont présentés dans le Tableau D-3.

Tableau D-3 : Paramètres géométriques de la spirale

Elément de la spirale	Dimension
Angle à la base de la spirale	30 °
Diamètre de la spirale	10 mm
Diamètre du fil	3,15 mm
Pas de la spirale	15,8 mm
Longueur de la spirale	27,5 mm

2.2.2) Impression 3D

L'imprimante 3D est une Prusa i3. La température d'extrusion du filament est de 190°C, la température de la plate-forme est de 60°C et la vitesse d'impression est de 40 mm/s. Le polymère utilisé pour l'impression 3D est un polymère naturel : le PLA (acide polylactique). Le principal avantage de ce polymère est qu'il s'évacue proprement du corps vert à des températures relativement basses (200°C environ).

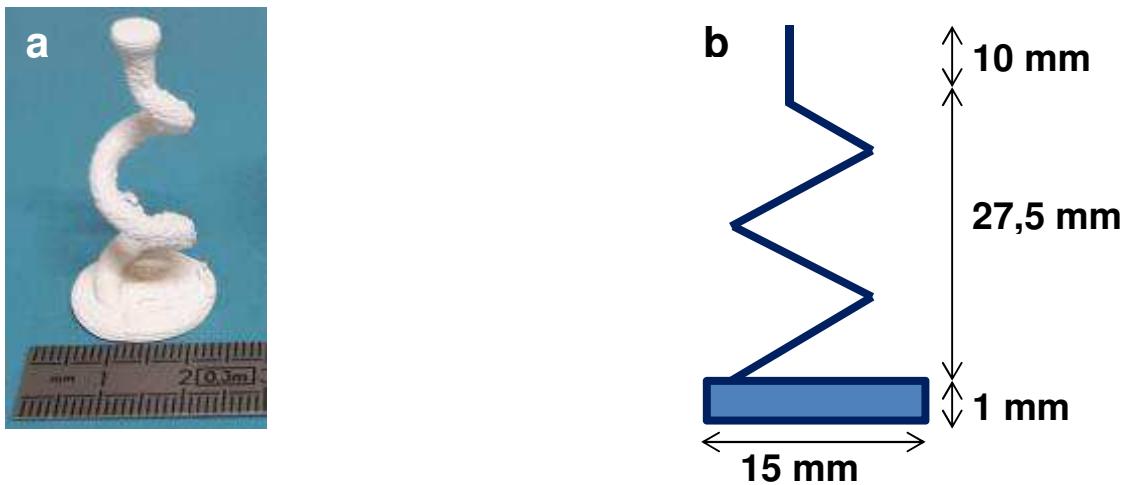


Figure D-1: Photographie de la spirale (a) et schéma de la spirale avec les dimensions (b)

La Figure D-1 montre une photographie de la spirale après impression ainsi qu'un schéma avec ses différentes dimensions. La spirale est imprimée sur un cylindre de 1mm d'épaisseur pour être positionnée au mieux dans le moule en silicium. Dans notre conception, la sortie du sélecteur est ramenée au centre de la spirale sur les 10 derniers millimètres (voir Figure D-1). Avec les paramètres choisis dans le Tableau D-3, la sélection de grain est censée être terminée avant la modification géométrique qui ramène le grain au centre de la spirale (Dai et al., 2011 a, 2011b).

2.3) Evacuation du polymère et frittage

D'abord, le polymère est évacué par refusion dans un four 47900 THERMOLYNE furnace dont les paramètres sont donnés pour deux types de PLA dans le Tableau D-4.

Le cycle thermique de frittage est détaillé dans le Tableau D-5. Le frittage s'opère dans un four tubulaire CARBOLITE GHA 12/600.

Tableau D-4: Paramètres du four thermolyne pour l'évacuation du polymère

Type de PLA	Vitesse de montée/descente en température en °C/min	Température du palier en °C	Temps de maintien du palier de température (en minutes)
PLA bleu de eBoutique MakerShop	1	280	15
Copolymère blanc PLA-PHA de ColorFab	1	230	120

Tableau D-5 : Traitement thermique pour le frittage du corps vert

Numéro de séquence	Intervalle de température en °C	Type de traitement	Durée de la séquence en minutes
1	20 à 250	Rampe, 2°C/min	115
2	250	Palier	60
3	250 à 700	Rampe, 2°C/min	225
4	700 à 1400	Rampe, 1°C/min	700
5	1400	Palier	240
6	1400 à 20	Rampe, -2°C/min	690

Le frittage a lieu sous vide jusqu'à 700°C. Une fois cette température atteinte, le frittage se déroule sous flux d'argon.

2.4) Solidification dirigée

La machine de solidification dirigée utilisée dans ce travail est un four de type Bridgman. L'alliage utilisé ici est un alliage nickel A600. Ce type de machine permet de contrôler le gradient thermique et la vitesse de croissance. La longueur totale de l'échantillon est de 30 cm pour un diamètre de 20 mm.

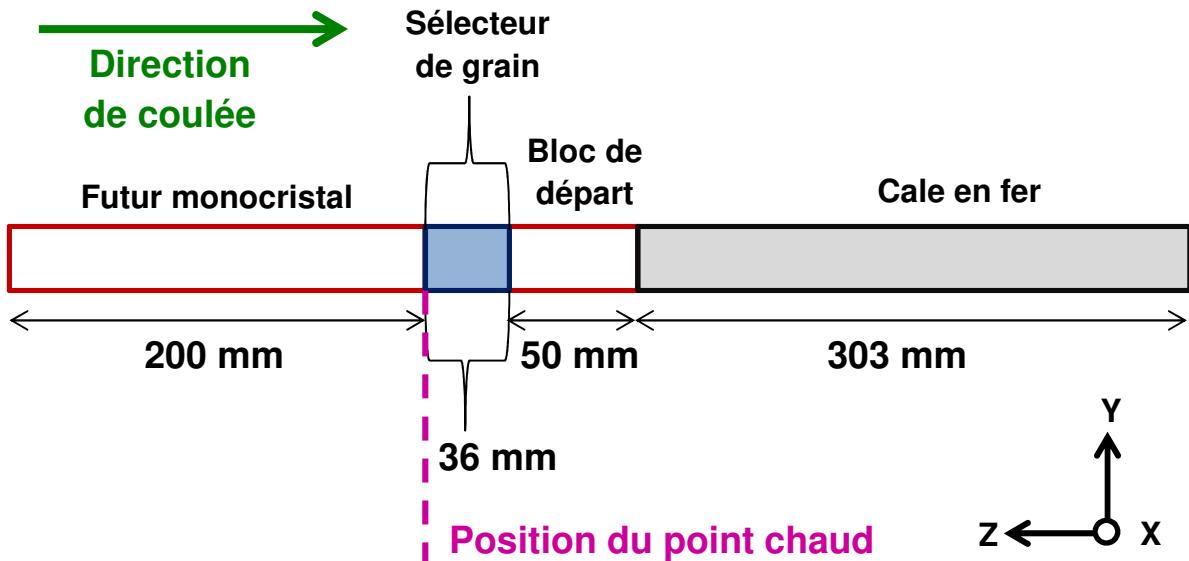


Figure D-2 : Position de l'échantillon dans la machine de solidification dirigée

La position de l'échantillon dans le four est bien connue du fait de l'emploi d'une cale en fer, ce qui permet de connaître la position de l'interface liquide solide. Comme on peut le voir sur la Figure D-2, le sélecteur de grain est placé entre deux échantillons de A600. Le premier échantillon (de longueur 50mm) représente le bloc de départ. Il faut fondre une partie de cet échantillon (sans fondre la cale en fer) pour commencer la sélection des grains et avoir déjà un nombre réduit de grains entrant dans le sélecteur.

Le point chaud est positionné au niveau de la jonction entre le sélecteur de grain et l'échantillon destiné à devenir le futur monocristal (Figure D-2). Une fois la température maximale atteinte (environ 1500°C) à ce point, le liquide s'introduit dans la spirale, et fait la jonction avec l'échantillon « bloc de départ » situé sous le sélecteur. Une heure d'attente est requise pour que l'équilibre thermique s'établisse dans la machine avant de procéder à la coulée. Dans les conditions d'expérience, le gradient thermique est compris entre 15 et 20 K/mm et la vitesse de croissance est de 2,35 mm/min.

2.5) Diffraction des électrons rétrodiffusés

L'échantillon prélevé pour l'analyse EBSD a une épaisseur de 2-3 mm. Après découpe, les échantillons sont polis sur les deux faces à l'aide d'un AccustStop T fourni par Struers. La face arrière de l'échantillon est polie jusqu'au tapis SiC de granulométrie 1200 tandis que la face avant (pour l'analyse EBSD) est polie jusqu'à 0,25 micron en utilisant une solution d'oxyde en suspension (base silice OPS de chez Struers). Tous les polissages sont manuels.

Les analyses de diffraction des électrons rétrodiffusés sont réalisées par l'intermédiaire d'un microscope électronique à balayage QUANTA 650 FEG équipé d'un détecteur EBSD NordlysF+. Les données sont collectées avec l'aide du logiciel HKL FastAcquisition et traitées avec le logiciel HKL channel 5 d'Oxford. Les paramètres d'acquisition sont listés dans le Tableau D-6.

Tableau D-6 : Paramètres d'acquisition du logiciel EBSD

Paramètres MEB	
Grossissement	100
Tension	25 kV
Taille de spot	5
Logiciel FastAcquisition	
Binning	4x4
Gain	2
Nombre de passes	1
Temps d'intégration en ms	0,07
Nombre de bandes détectées	12
Résolution de Hough	70
Nombre de passes de collection du bruit de fond	211
Nombre de réflexions	60
Correction du bruit de fond	Smoothed
Pas d'analyse	5 microns

3) Résultats et discussions

3.1) Optimisation de la suspension

La Figure D-3 donne l'évolution des retraits au moulage et au frittage en fonction de la charge de la suspension. Comme on peut le voir, le retrait au démoulage et au frittage diminue avec l'augmentation de la concentration de la suspension. Il sera donc plus difficile d'extraire le corps vert du moule s'il a été réalisé avec une suspension très concentrée. Plus la suspension est concentrée, plus le retrait est faible. Cette évolution était attendue puisque la quantité de produit s'évaporant lors du séchage diminue avec l'augmentation de la charge de la suspension. Il en est de même pour le frittage. Lorsque la suspension est moins concentrée, il y a plus de porosité dans le corps vert. Enfin, l'évolution des deux types de retraits semble être affine avec la concentration de la suspension. Cependant, la courbe de retrait au frittage présente un accident pour la suspension la plus faiblement concentrée.

La Figure D-4 montre l'évolution de la dureté et de la densification en fonction de la concentration de la suspension. Sur cette figure, on constate que la dureté et la densification augmentent avec la concentration jusqu'à une concentration de 35% puis décroissent avec des concentrations plus élevées. En fait, il est difficile de fabriquer une suspension homogène avec un mélange manuel. Plus la suspension est concentrée, plus il est difficile d'homogénéiser la suspension. La suspension est hétérogène, comme en témoigne la dispersion observée sur les mesures de dureté (Figure D-4), d'où la diminution de la densification (et de la dureté). Le meilleur choix est donc de travailler avec une suspension concentrée à 35%. Avec une telle concentration et un moule de diamètre 25 mm, le diamètre du sélecteur après frittage est de 20,3 mm. Il y a donc besoin d'une étape de polissage supplémentaire pour rectifier le diamètre du sélecteur (le diamètre du sélecteur doit être de 20 mm pour pouvoir être introduit dans la machine de solidification dirigée).

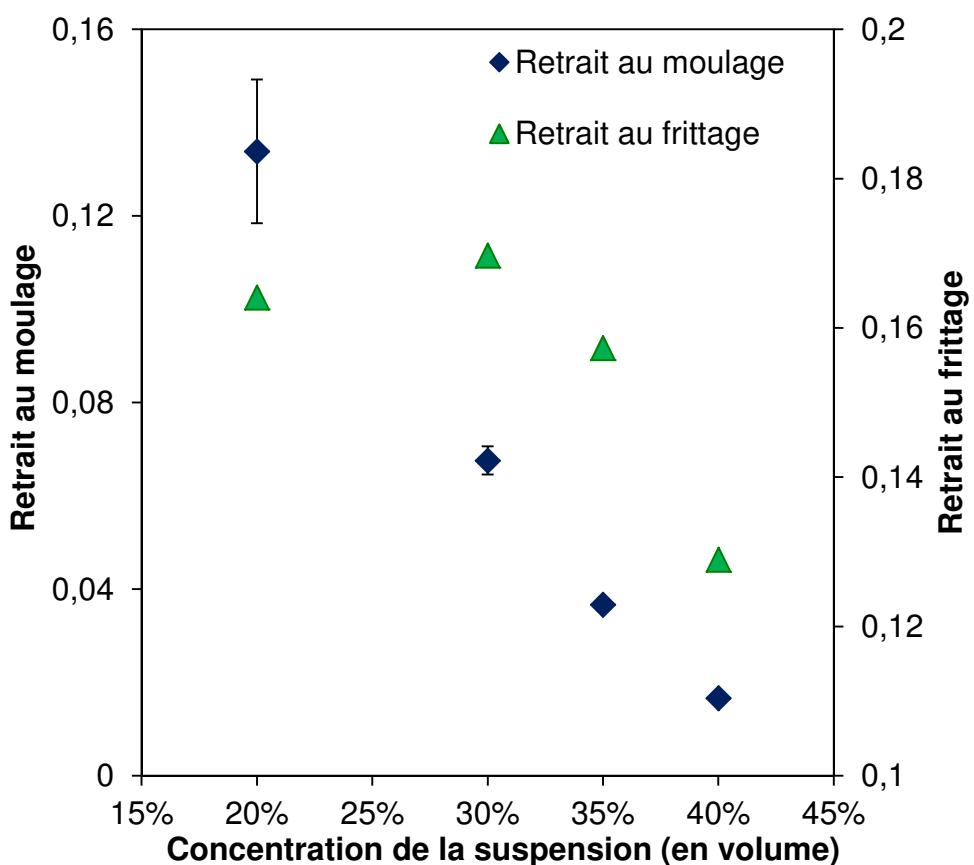


Figure D-3 : Retrait au moulage et au frittage en fonction de la concentration de la suspension

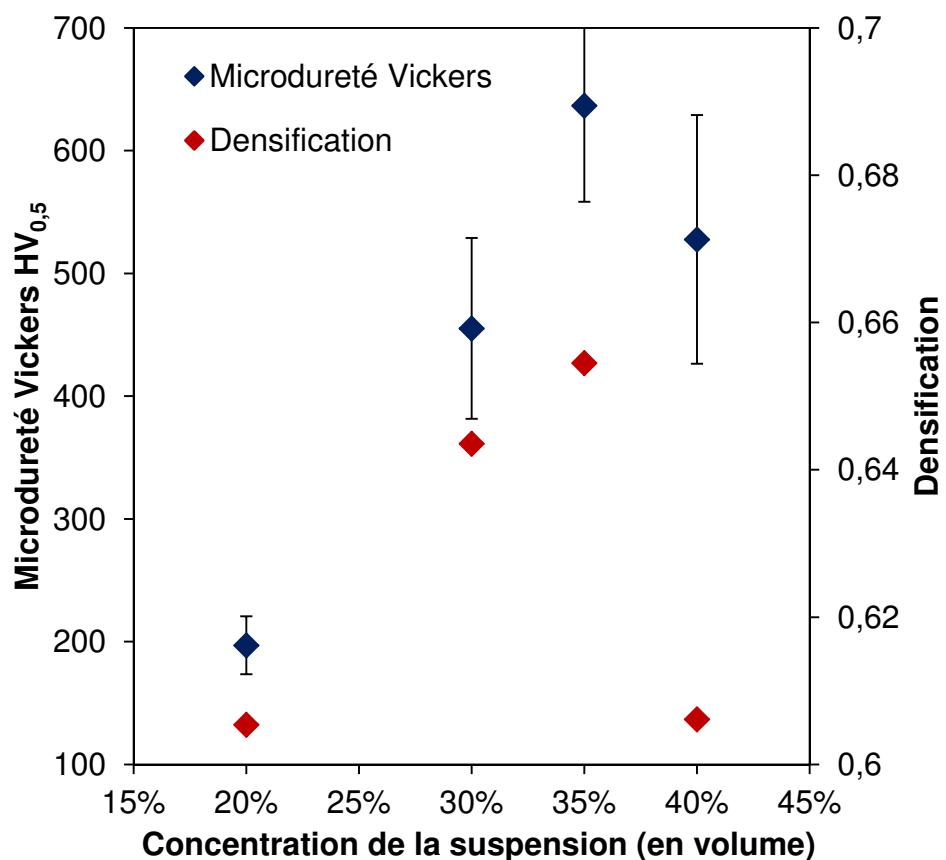


Figure D-4 : Microdureté Vickers et densification en fonction de la concentration de la suspension

Il faut noter que le diamètre de la spirale changera uniquement après le frittage. Avec une suspension concentrée à 35%, la dimension sera réduite d'environ 16% (Figure D-3). Ce n'est pas un problème pour la sélection du grain car plus le diamètre est petit, plus la sélection des grains est rapide. Une pénétration partielle du métal liquide dans le sélecteur aurait pu se produire (Dai et al., 2011 a, 2011b) mais ceci n'a pas été observé dans le cas de l'alliage A600.

3.2) Sélection du grain à la sortie du sélecteur

Les résultats présentés ici sont issus de spirales préalablement imprimées en PLA bleu et en PLA-PHA blanc. La Figure D-5 est une photographie de la spirale après solidification dirigée et élimination de l'alumine au marteau burin. Comme on peut le voir sur la Figure D-5, l'alliage A600 liquide est entièrement entré dans le sélecteur de grain. On note une parfaite reproduction de l'état de surface de la spirale en polymère. Les différentes passes de l'impression 3D sont parfaitement observables sur la surface de la spirale en nickel.



Figure D-5: Spirale après solidification dirigée et retrait mécanique de l'alumine frittée

Pour savoir si la sélection du grain est effective, la sortie du sélecteur est coupée (région encerclée sur la Figure D-5) dans le plan XY et analysée par EBSD.

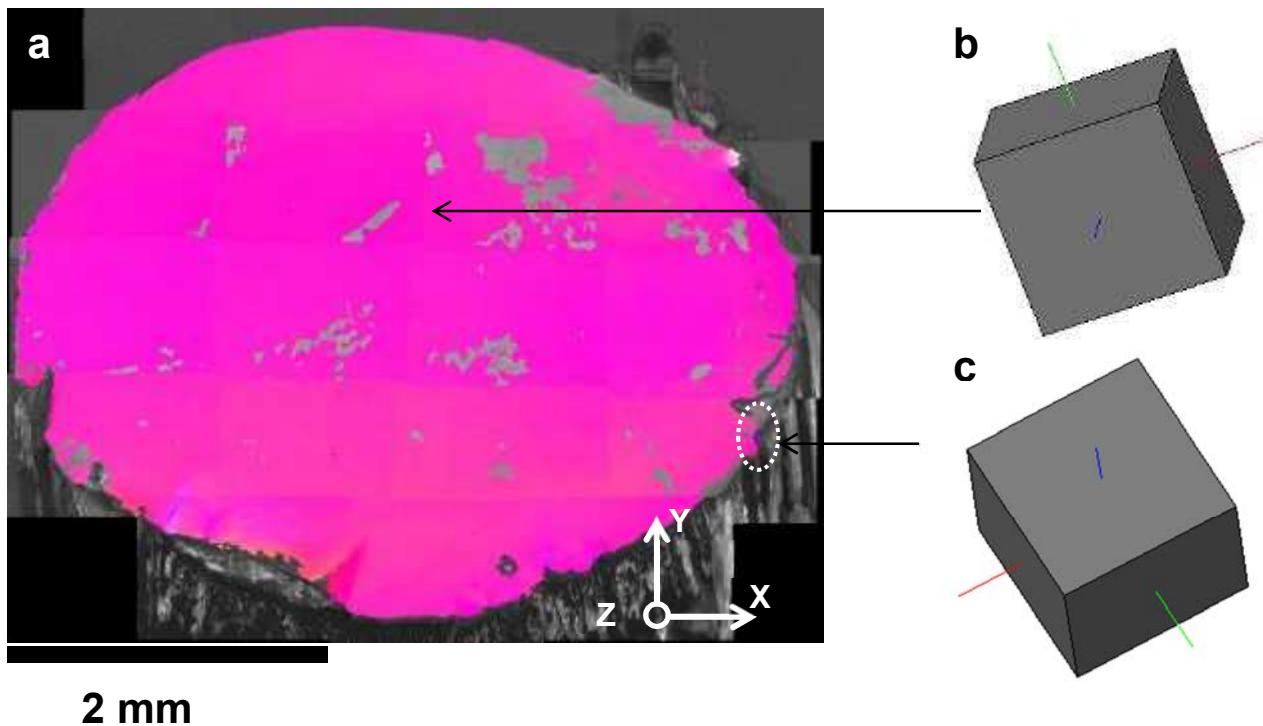


Figure D-6 : Carte EBSD de la sortie de la spirale (a), orientation cristalline du grain sélectionné (b), orientation cristalline du grain résiduel cerclé des pointillés blancs (c)

La Figure D-6a montre la carte EBSD en contraste d'orientation réalisée sur l'échantillon prélevé au sommet de la spirale (sortie du sélecteur). Comme on peut le voir, seul un grain est présent sur la carte EBSD. L'orientation de ce grain est donnée en Figure D-6b. Il semble donc que l'état de surface à l'intérieur du sélecteur n'a pas d'influence significative sur la sélection de grain. Cependant, on note tout de même la présence d'un petit grain en bas à droite de la carte EBSD (cercle pointillé de la Figure D-6a). L'orientation de ce grain est donnée en Figure D-6c. La surface de ce grain est de 1550 microns² tandis que la surface de l'autre grain est d'environ 13 millions de microns², c'est-à-dire 8000 fois plus grand. Le grain sélectionné est désorienté de 15,7° par rapport à la direction Z (direction parallèle au gradient thermique), ce qui en accord avec la désorientation de 15° définie par [Dai et al., 2011 a, 2011b](#). Le grain résiduel (Figure D-6c) est désorienté de 25,7°. Il est probablement éliminé dans les derniers microns de la spirale du sélecteur.

Conclusion

Un sélecteur de grain peut être fabriqué par impression 3D et coulage par coagulation directe d'une suspension d'alumine concentrée à 35%. Plusieurs types de PLA sont utilisables pour imprimer la spirale. Il faut simplement adapter le traitement thermique d'évacuation du polymère. Le monocristal obtenu après l'expérience de solidification dirigée a une qualité similaire en termes d'orientation par rapport aux ceux obtenus avec un sélecteur de grain fabriqué à la cire perdue. Pour la suite des expériences, on notera que l'usage d'une spirale n'est pas nécessaire. Dans l'expérience de SD20, la totalité de l'échantillon « bloc de départ » ne fond pas, ce qui veut dire que l'on assiste à un grossissement des grains dans cette partie de l'échantillon. Ainsi, il y a un nombre restreint de grains qui pénètrent dans le sélecteur. Un simple sélecteur « embouchure » devrait suffire pour obtenir un barreau de SD20 monocristallin.

Références

- Caron, P., Khan, T. 1999. Evolution of Ni-based superalloys for single crystal gas turbine blade applications, *Aerospace Science Technology* 3, 513 – 523.
- Dai, H.J., D’Souza, N., Dong, H.B. 2011a. Grain Selection in Spiral Selectors During Investment Casting of Single-Crystal Turbine Blades: Part I. Experimental Investigation, *Metallurgical and Materials Transactions A* 42A, 3430 – 3438
- Dai, H.J., D’Souza, N., Dong, H.B. 2011b. Grain Selection in Spiral Selectors During Investment Casting of Single-Crystal Turbine Blades: Part II. Numerical modelling, *Metallurgical and Materials Transaction A* 42A, 3430 – 3438
- De Bussac, A., Gandin, C.A. 1997. Prediction of a process window for the investment casting of dendritic single crystals, *Materials Science and Engineering A* 237, 35 – 42
- Doriath, J.C., Nouailles, J. 1994. Fonderie de précision à modèle perdu – Application aux superalliages, *Techniques de l’ingénieur m755*, 1 – 10 (in French)
- Gao, S.F., Liu, L., Wang, N., Zhao, X.B., Zhang, J., Fu, H.Z. 2012. Grain Selection During Casting Ni-Base, Single-Crystal Superalloys with Spiral Grain Selector, *Metallurgical and Materials Transactions A* 43A, 3767 – 3775
- Gäumann, M., Bezençon, C., Canalis, P., Kurz, W. 2001. Single-crystal laser deposition of superalloys processings-microstructure maps, *Acta Materialia* 49, 1051 – 1062
- Meng, X., Qi, L., Li, J., Jin, T., Sun, X., Zhang, J., Chen, Z., Wang, Y., Hu, Z. 2012. Modes of grain Selection in Spiral Selector during Directional Solidification of Nickel-base Superalloys, *Journal of Materials Science and Technology* 28 (3), 214 – 220
- Meng, X.B., Li, J.G., Chen, Z.Q., Wang, Y.H., Zhu, S.Z., Bai, X.F., Wang, F., Zhang, J., Jin, T., Sun, X.F., Hu, Z.Q. 2013. Effect of Platform Dimension on the Dendrite Growth and Stray Grain Formation in a Ni-Base Single-Crystal Superalloy, *Metallurgical and Materials Transactions A* 44A, 1955 – 1965
- Penard, A.L., Rossignol, F., Nagaraja, H.S., Pagnoux, C., Chartier, T. 2005. Dispersion of alpha-alumina ultrafine powders using 2-phophobutanate-1,2,4-tricarboxylic acid for the implementation of a DCC process, *Journal of the European Ceramic Society* 25, 1109 – 1118
- Penard, A.L., Rossignol, F., Pagnoux, C., Chartier, T., Cueille, C., Murphy, M.E. 2006. Coagulation of concentrated Suspensions of Ultrafine Alumina Powders by ph Shift, *Journal of the American Ceramic Society* 89, 2073 – 2079
- Versnyder, F.L., Shank, M.E. 1970. The Development of Columnar Grain and Single crystal High Temperature Materials Through Directional Solidification, *Materials Science and Engineering* 6, 213 – 247

Vilar, R., Santos, E.C., Ferreira, P.N., Franco, N., da Silva, R.C. 2009. Structure of NiCrAlY coatings deposited on single-crystal alloy turbine blade material by laser cladding, *Acta Materialia* 57, 5292 – 5302

Yang, X.L., Dong, H.B., Wang, W., Lee, P.D. 2004. Microscale simulation of stray grain formation in investment cast turbine blades, *Materials Science and Engineering A* 386, 129 – 139

Yang, X., Ness, D., D.Lee, P., D'Souza, N. 2005a. Simulation of stray grain formation during single crystal seed melt-back and initial withdrawal in the Ni-base superalloy CMSX4, *Materials Science and Engineering A* 413 – 414, 571 – 577

Yang, X. L., Lee, P. D., D'Souza, N. 2005b. Stray grain formation in the seed region of single-crystal turbine blades, *Journal of the Minerals, Metals & Materials Society Volume 57, Issue 5*, 40 – 44

Zhang, W. 2007, Synthèse de nanoparticules calcites-silices à structure core-shell, Application comme dopant au frittage d'alumine mis en forme par coulage coagulation pour application orthopédique, PhD from Limoges University, France

E. Expérience de la chute de goutte

Dans ce travail, il a été envisagé de recourir à une expérience de chute de goutte sur un monocristal d'alliage A600 pour étudier précisément le rôle de la désorientation θ entre le gradient thermique \mathbf{G} et la direction cristalline de croissance Ψ_{100} . Le principe de cette expérience de chute de goutte est décrite dans la Figure E-1.

1) Principe de l'expérience

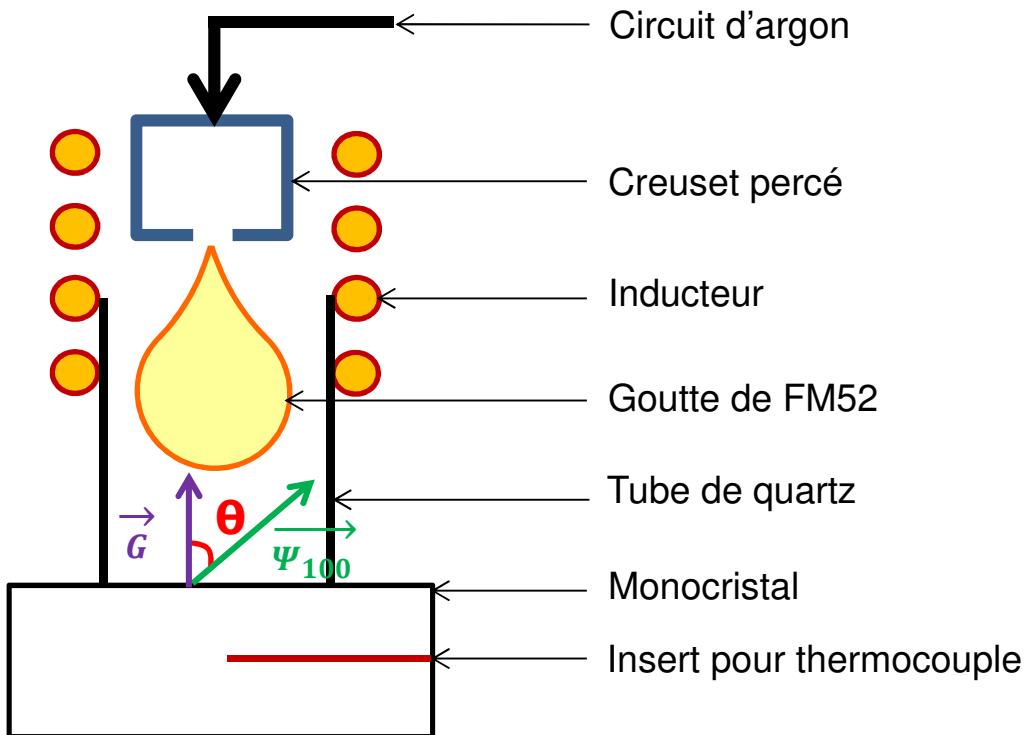


Figure E-1 : Schéma de principe de l'expérience de chute de goutte

Un échantillon en alliage FM52 est fondu (masse de 2,5g) dans un creuset en quartz percé (trou de diamètre 2mm). Un substrat monocristallin de A600 (cylindre de hauteur 10 mm, diamètre 20 mm) est placé à une certaine distance de l'inducteur (rehaussé de 14mm par rapport à la platine de cuivre initiale) afin d'obtenir une température en surface suffisante pour obtenir une petite refusion du substrat (similaire à ce qui se produit en soudage) lors de l'impact. Dans les conditions de l'expérience, la température atteinte au centre du substrat est de 950°C pour une puissance génératrice de 30%. Un petit tube de quartz est placé sur le substrat de manière à choisir la zone d'impact et éviter les éclaboussures. La température du substrat est contrôlée en insérant un thermocouple au centre du substrat percé au préalable. Une fois que l'alliage FM52 est fondu et que le substrat est à la bonne température, une surpression en argon est appliquée dans le creuset en quartz permettant ainsi d'éjecter la goutte de FM52 sur le substrat.

2) Premiers résultats

Les premiers essais ont permis de mesurer l'évolution de la température atteinte au centre du substrat en fonction de la puissance du générateur dans les conditions évoquées dans le paragraphe précédent. L'évolution de la température au sein du substrat est donnée en Figure E-2.

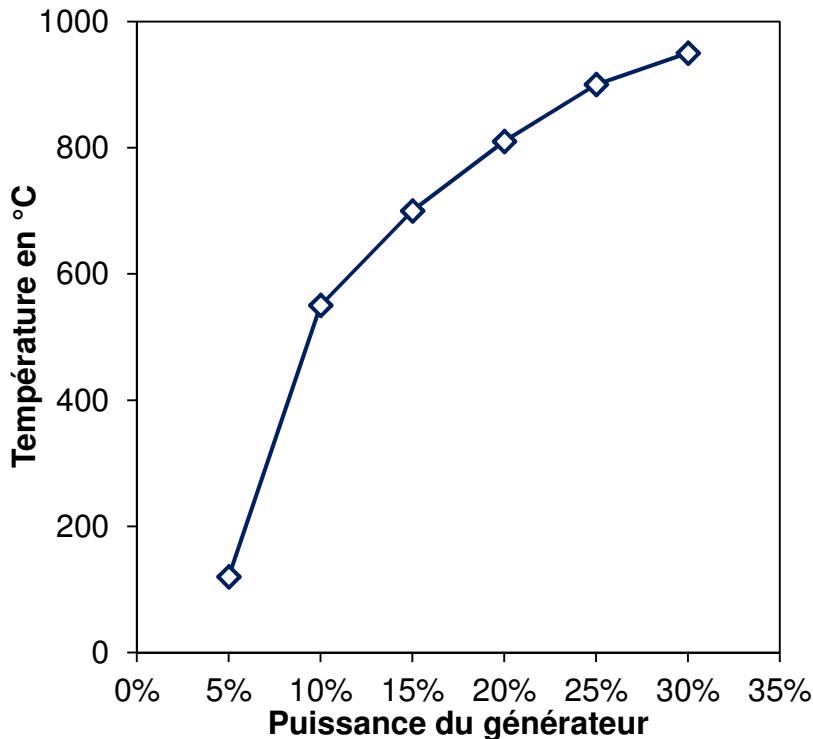


Figure E-2 : Evolution de la température du cœur du substrat en fonction de la puissance du générateur

Dans les conditions testées, la température atteinte au centre du substrat est de 950°C.

Un essai de faisabilité de l'expérience de chute de goutte a été réalisé sur un substrat polycristallin. La Figure E-3 présente les micrographies associées à cet essai de faisabilité. On distingue bien la goutte (Figure E-3a), la ZAT (Figure E-3a et b) engendrée par l'apport de chaleur de la goutte et le métal de base (Figure E-3c) où il n'y a pas de grossissement des grains. Ceci est encore plus visible lorsque l'on compare la Figure E-3b avec la Figure E-3c. On retrouve l'effet de grossissement des grains observé en soudage.

Il est intéressant de voir que la refusion partielle des grains dans la ZAT est bien reproduite par cette expérience. Cependant, la deuxième interface visible sur la Figure E-3b laisse suggérer qu'aucune liaison ne s'est formée entre la goutte et le substrat à cet endroit précis de l'échantillon. Il convient donc de revoir les paramètres opératoires, notamment la distance substrat inducteur, de manière à obtenir une goutte parfaitement « assemblée » au substrat. Cette expérience, une fois mise au point, augure des résultats prometteurs pour la compréhension de la sélection de grains en croissance épitaxiale. Elle sera d'autant plus intéressante avec un substrat monocristallin.

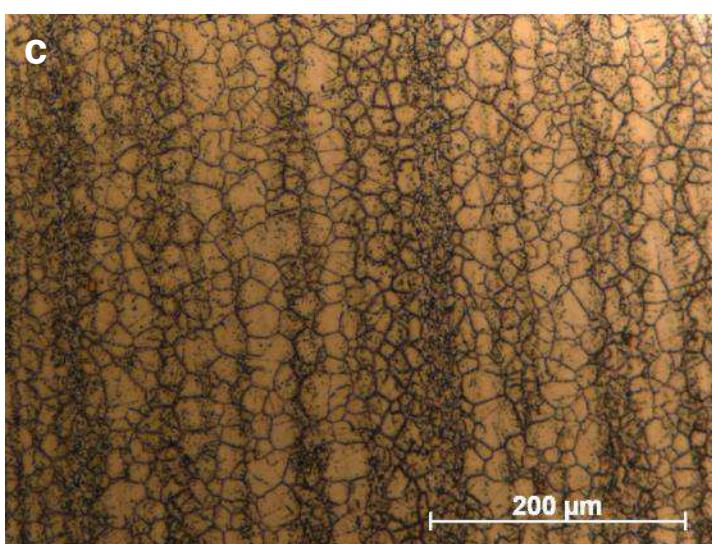
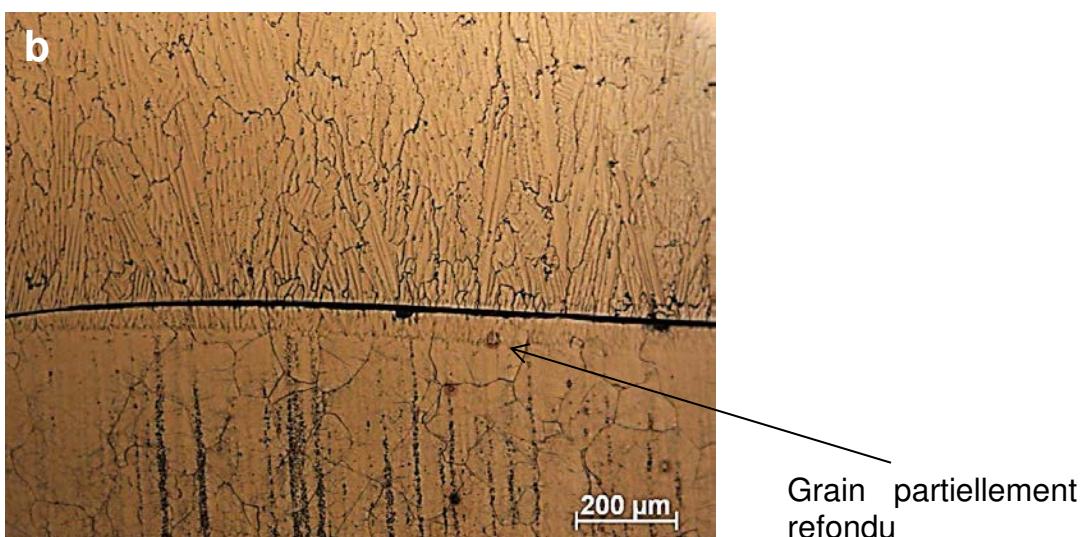
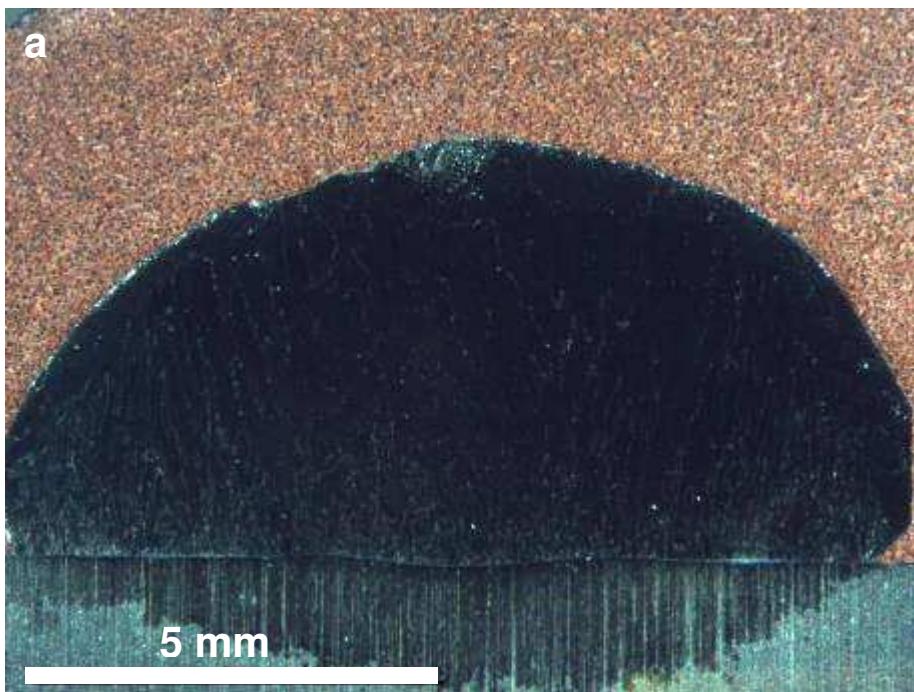


Figure E-3 : Expérience de chute de goutte sur substrat polycristallin (a) Macrographie de l'expérience, (b) interface métal de base/zone fondu, (c) métal de base

F. Dépliage du gradient thermique à l'interface MB/ZF

Pour déplier le gradient, il convient d'effectuer une rotation du repère échantillon O autour d'un de ses axes et calculer les angles d'Euler dans cette nouvelle base. Reprenons la matrice de rotation du repère O vers le repère K. Soit S' un vecteur de la base K et S le même vecteur exprimé dans la base O. Avec le produit matriciel, il vient l'équation (F-1).

$$S = L * S' \quad (\text{F-1})$$

Maintenant, en définissant une matrice de rotation R_θ d'angle θ autour de l'axe \mathbf{z} du repère O (dans ce qui suit, l'axe \mathbf{z} est l'axe normal à la surface analysée, c'est-à-dire \mathbf{W} dans le cas d'une coupe T et \mathbf{U} dans le cas d'une coupe L) par (F-2), on peut définir la matrice de passage P du repère O au repère O' (repère O muni de la rotation d'angle θ) par (F-3).

$$R_\theta = \begin{bmatrix} \cos \theta & -\sin \theta & 0 \\ \sin \theta & \cos \theta & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (\text{F-2})$$

$$R_\theta * S = P * S' \text{ et } P = R_\theta * L \quad (\text{F-3})$$

La matrice P étant le produit de matrices de rotation, elle est aussi une matrice de rotation par laquelle il est possible de générer les nouveaux angles d'Euler dans la base O'. En considérant les notations définies dans le chapitre 2, la matrice P s'exprime par l'équation (F-4).

$$\begin{bmatrix} \cos \theta * (AE - BCF) - \sin \theta * BF + \sin \theta * ACF & \cos \theta * (-AF - BCE) + \sin \theta * (BF - ACE) & \cos \theta * BD + \sin \theta * DA \\ \sin \theta * (AE - BCF) + \cos \theta * (BF - ACF) & \sin \theta * (AF + BCE) + \cos \theta * (ACE - BF) & \sin \theta * BD - \cos \theta * DA \\ DF & DE & C \end{bmatrix} \quad (\text{F-4})$$

Par suite, on réécrit la matrice P sous la même forme que la matrice L. Il vient alors l'équation (F-5).

$$P = L' = \begin{bmatrix} A' * E' - B' * C' * F' & -A *' F' - B' * C' * E' & B' * D' \\ B' * F' - A' * C' * F' & -B * F + A * C * E & -D' * A' \\ D' * F' & D' * E' & C' \end{bmatrix} \quad (\text{F-5})$$

avec

$$A' = \cos \varphi'_1 \quad C' = \cos \Phi' \quad E' = \cos \varphi'_2$$

$$B' = \sin \varphi'_1 \quad D' = \sin \Phi' \quad F' = \sin \varphi'_2$$

Les angles φ'_1 , Φ' et φ'_2 sont les angles d'Euler associés au repère O'. En égalisant les termes de la dernière ligne de la matrice L' avec ceux de la matrice L, il vient le système (F-6).

$$\begin{aligned}\cos \Phi' &= \cos \Phi \\ \cos \varphi'_2 &= \cos \varphi_2 \\ \cos \varphi'_1 &= -\sin \theta * \sin \varphi_1 + \cos \theta * \cos \varphi_1\end{aligned}\tag{F-6}$$

Puisque le cristal a une symétrie cubique, il vient $0^\circ < \Phi < 90^\circ$ et $0^\circ < \varphi_2 < 90^\circ$. On déduit de (F-6) que $\Phi' = \Phi$ et que $\varphi'_2 = \varphi_2$. Il n'y a donc que l'angle φ'_1 à recalculer en utilisant la dernière équation de (F-6). Cependant, cette dernière égalité n'est pas suffisante pour calculer l'angle. La fonction réciproque de la fonction cosinus (la fonction arc cosinus) n'est définie que dans l'intervalle $[0, \pi]$. La valeur de φ_1 sera donc fausse à $\pm 180^\circ$ si l'angle φ'_1 est plus grand que 180° . Il est donc nécessaire de calculer le sinus de l'angle φ'_1 . Le sinus de φ'_1 est donné par l'égalité entre le terme situé sur la 1^{er} ligne et la 3^{ème} colonne des matrices M' et M . On en déduit l'équation (F-7).

$$\sin \varphi'_1 = \sin \varphi_1 * \cos \theta + \cos \varphi_1 * \sin \theta\tag{F-7}$$

Connaissant les valeurs du cosinus et du sinus, le point défini par ces deux valeurs peut être placé sur le cercle trigonométrique comme illustré en Figure F-1.

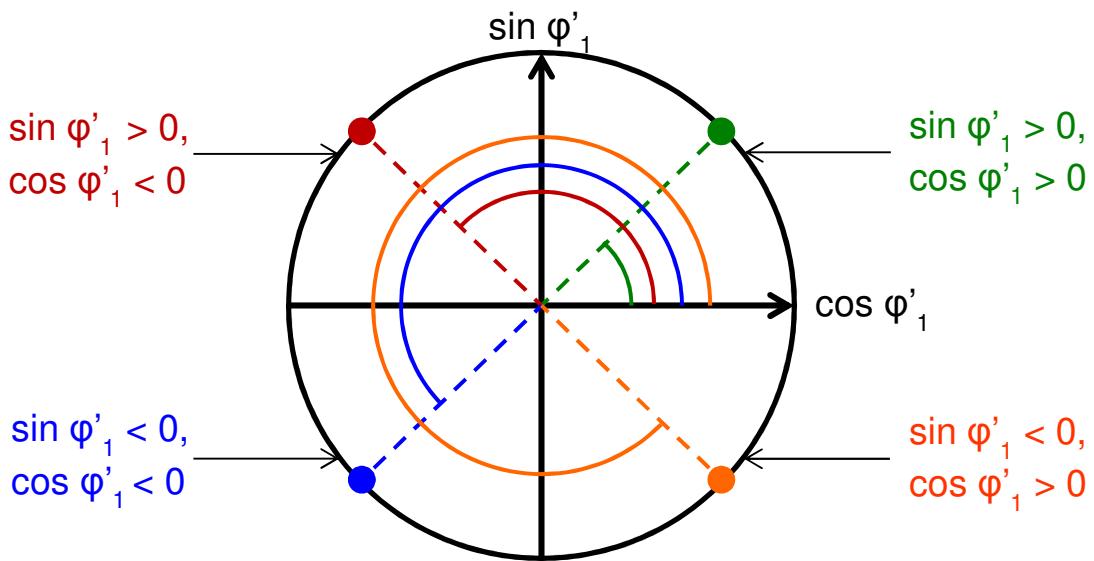


Figure F-1 : Position du point définissant l'angle φ'_1 en fonction du cosinus et du sinus de cet angle sur le cercle trigonométrique

Suivant le cadran auquel le point défini par le sinus et le cosinus appartient, la méthode de calcul de l'angle φ'_1 est différente. Si l'on note φ''_1 la valeur de l'angle devant être considérée, il vient :

- Si $\sin \varphi'_1 > 0$ et $\cos \varphi'_1 > 0$ ou si $\sin \varphi'_1 > 0$ et $\cos \varphi'_1 < 0$

$$\varphi''_1 = \text{Arccos}(\cos \varphi'_1)\tag{F-8}$$

- Si $\sin \varphi'_1 < 0$ et $\cos \varphi'_1 < 0$ ou si $\sin \varphi'_1 < 0$ et $\cos \varphi'_1 > 0$

$$\varphi''_1 = 360 - \text{Arccos}(\cos \varphi'_1)\tag{F-9}$$

CARACTERISATION ET MODELISATION DES STRUCTURES DE SOLIDIFICATION EN SOUDAGE TIG D'ALLIAGES AUSTENITIQUES

Mots clés : solidification, soudage TIG, croissance épitaxiale, sélection des grains, caractérisation EBSD, simulation CAFE

Résumé :

La nécessité de garantir l'intégrité des structures soudées pousse les industriels à augmenter leur domaine de compétences en matière de simulation numérique du soudage. La solidification est l'étape clé de ce procédé. Dès lors que la sélection des grains est reproduite correctement par les simulations, le comportement mécanique et la réponse aux contrôles non destructifs de l'assemblage peuvent être déduits.

Ce travail cherche à définir les phénomènes thermométallurgiques décrivant les mécanismes de formation des microstructures issues du soudage. Ces mécanismes servent ensuite à valider l'usage d'un nouveau modèle de solidification qui réalise un post-traitement du calcul de thermique avec un automate cellulaire (modèle CAFE_WELD). Pour se faire, des expériences de soudage sont réalisées et caractérisées par EBSD. Ces analyses permettent de suivre la sélection des grains dans la soudure. L'effet de la refusion sur la sélection des grains est bien mis en évidence lors du soudage multi-passes. Ces caractérisations sont complétées par une analyse fine de la solidification du métal d'apport utilisé pour le soudage. Ces résultats permettent la mise en données du modèle nécessaire à la réalisation numérique des mêmes expériences de soudage. Les comparaisons entre les soudures vraies et numériques montrent que les phénomènes physiques intégrés au modèle ne sont pas suffisants pour reproduire les propriétés microstructurales générées par le soudage.

CHARACTERIZATION AND MODELLING OF SOLIDIFICATION STRUCTURES IN GTAW OF AUSTENITIC ALLOYS

Key words: solidification, GTAW, constrained growth, grain selection, EBSD, CAFE model

Abstract

Today, industrials want to upgrade their welding numerical simulation knowledge's in order to be able to guarantee the welded structure integrity. Solidification is the main step of welding process. As soon as the grain selection in welded region is well reproduced by simulation software, mechanical properties and nondestructive test response can be deduced.

This work tries to find thermometallurgical phenomena in order to describe the microstructures formation during welding. These mechanisms are used for validating a new solidification model which realizes a thermal calcul post-treatment with a cellular automaton (CAFE_WELD). In this aim, welding experiences were done and characterized with EBSD. These analyses allow following the grain selection into the weld. The refusion effect is clearly seen in the case of multi-pass weld. These results are completed by the fine solidification characterizations on filler metal employed in welding experiences. In this way, the model implementation can be done in order to do numerical simulation of the same experiences. The comparisons between real and numerical experiences show that the physical laws taken into account in CAFE_WELD model are not sufficient to reproduce the microstructural properties occurring in welding.